

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-321821

(P2000-321821A)

(43)公開日 平成12年11月24日 (2000.11.24)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード ⁸ (参考)
G 03 G 9/087		G 03 G 9/08	3 8 4 2 H 0 0 5
B 01 F 7/16		B 01 F 7/16	Z 2 H 0 7 7
G 03 G 9/08		G 03 G 9/08	4 G 0 7 8
15/08	5 0 7	15/08	5 0 7 L

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 18 頁)

(21)出願番号	特願平11-135606	(71)出願人	000001270 コニカ株式会社 東京都新宿区西新宿1丁目26番2号
(22)出願日	平成11年5月17日 (1999.5.17)	(72)発明者	山崎 弘 東京都八王子市石川町2970番地コニカ株式会社内
		(72)発明者	白勢 明三 東京都八王子市石川町2970番地コニカ株式会社内
		(72)発明者	河野 誠式 東京都八王子市石川町2970番地コニカ株式会社内

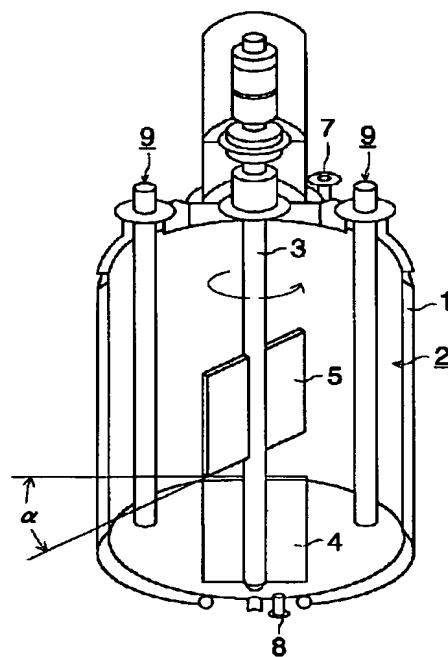
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 静電潜像現像用トナーとその製造方法及びそれを用いた画像形成方法

(57)【要約】

【課題】 いわゆる重合法で造った、シャープな粒径分布を持ち、トナー粒子間に性能のバラツキのない極めて均一な特性を持つ静電潜像現像用トナーと、その製造方法及びそれを用いた画像形成方法を提供する。

【解決手段】 少なくとも重合性单量体を重合して得られた樹脂粒子を融着させてなる静電潜像現像用トナーの製造方法に於いて、該重合性单量体を重合して樹脂粒子を得る工程が、攪拌槽中心部に回転軸を垂設し、この回転軸に複数の攪拌翼を上下多段に配設すると共に、上下隣接する攪拌翼の上段に位置する攪拌翼が下段に位置する攪拌翼に対して90度未満の交差角度で回転方向に先行して配設されてなる攪拌翼を備えた攪拌槽を用いて行われることを特徴とする静電潜像現像用トナーの製造方法。



【特許請求の範囲】

【請求項1】少なくとも重合性单量体を重合して得られた樹脂粒子を融着させてなる静電潜像現像用トナーの製造方法に於いて、該重合性单量体を重合して樹脂粒子を得る工程が、攪拌槽中心部に回転軸を垂設し、この回転軸に複数の攪拌翼を上下多段に配設すると共に、上下隣接する攪拌翼の上段に位置する攪拌翼が下段に位置する攪拌翼に対して90度未満の交差角度で回転方向に先行して配設されてなる攪拌翼を備えた攪拌槽を用いて行わることを特徴とする静電潜像現像用トナーの製造方法。

【請求項2】少なくとも重合性单量体を重合して得られた樹脂粒子を融着させる工程を有する静電潜像現像用トナーの製造方法に於いて、該樹脂粒子を融着させる工程が、攪拌槽中心部に回転軸を垂設し、この回転軸に複数の攪拌翼を上下多段に配設すると共に、上下隣接する攪拌翼の上段に位置する攪拌翼が下段に位置する攪拌翼に対して90度未満の交差角度で、回転方向に先行して配設された攪拌翼を備えた攪拌槽を用いることを特徴とする静電潜像現像用トナーの製造方法。

【請求項3】樹脂粒子が攪拌槽中心部に回転軸を垂設し、この回転軸に複数の攪拌翼を上下多段に配設すると共に、上下隣接する攪拌翼の上段に位置する攪拌翼が下段に位置する攪拌翼に対して90度未満の交差角度で、回転方向に先行して配設されてなる攪拌翼を備えた攪拌槽を用い、单量体を重合した樹脂粒子であることを特徴とする静電潜像現像用トナーの製造方法。

【請求項4】少なくとも樹脂粒子を融着させて得られる静電潜像現像用トナーに於いて、該樹脂粒子が、攪拌槽中心部に回転軸を垂設し、この回転軸に複数の攪拌翼を上下多段に配設するとともに、上下隣接する攪拌翼の上段に位置する攪拌翼が下段に位置する攪拌翼に対して90度未満の交差角度で、回転方向に先行して配設されてなる攪拌翼を備えた攪拌槽を用いて得られたものであることを特徴とする静電潜像現像用トナー。

【請求項5】請求項4記載の静電潜像現像用トナーに於いて、該トナー粒子の体積平均粒径が3~9μmであり、該トナーの下記式で示される円形度の平均値が0.85~0.99の範囲内にあり、且つ円形度が0.85未満のトナー粒子が2個数%未満であることを特徴とする静電潜像現像用トナー。

円形度=(円相当径から求めた円の周囲長)/(粒子投影像の周囲長)

【請求項6】潜像形成体上に形成された静電潜像を、トナーを含む現像剤により現像した後に画像支持体上に転写し、定着部材によりトナーを画像支持体上に定着する画像形成方法に於いて、該トナーが少なくとも重合工程を経て調製された樹脂粒子を融着させてなるトナーであり、前記樹脂粒子が攪拌槽の中心部に回転軸を垂設し、この回転軸に複数の攪拌翼を上下多段に配設すると

ともに、上下隣接する攪拌翼の上段に位置する攪拌翼が下段に位置する攪拌翼に対して90度未満の交差角度で、回転方向に先行して配設されてなる攪拌翼を備えた攪拌槽を用いて单量体を重合して得られた樹脂粒子であることを特徴とする画像形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、複写機、プリンタ等に用いられる静電潜像現像用トナーとその製造方法、及びそれを用いた画像形成方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、電子写真現像方式は種々の分野で利用されている。例えばモノクロ複写機のみならず、コンピュータの出力端末であるプリンタや、カラー複写機、カラープリンタ等の分野での利用も広がってきている。そしてこれらの利用が進むにつれ、ますますアウトプットされる画像の品質に対する要求が高くなっている。

【0003】画像品質の向上のため、トナーを小粒径化

20 して画像の品質を向上させる提案は種々あり、列挙にいとまがない。例えば、小粒径化に対応する技術としていわゆる重合法トナーが知られている。中でも特開昭63-186253号公報等に示される樹脂粒子と着色剤粒子とを接合させてなる重合法トナーの製造法は、粒子形状を不定形化することが出来る技術である。

【0004】重合法トナーでは重合性单量体を水系媒体などで重合することで調製するために、粒径分布をシャープにすることができると/or小粒径トナーを調製する方法として好適なものであることは種々開示されている。

【0005】しかし、重合法トナーでは重合時に重合性单量体が水系媒体等に均一に分散されない場合には、大きな凝集体が発生する問題がある。もし凝集体が発生すると、後工程では樹脂粒子として不必要なものが調製されることとなり、重合法トナーの利点である粒径分布のシャープさがなくなり、いわゆる分級工程などが必要となってしまう。

【0006】重合段階で重合性单量体を均一に水系媒体などに分散する方法として界面活性剤などの分散助剤を多く添加する方法もあげられるが、その場合には界面活性剤を除去する工程が必要となり、生産に係わる負荷が大きくなる。さらには排水処理上の問題等も加わり、自然環境に対する悪影響が増大する欠点がある。

【0007】又、樹脂粒子を融着させてなるトナーは種々開示されている。融着法で調製されたトナーは、その形状を不定形化することができることや、粒径分布をシャープにすることができる利点等を有しており、注目されている技術である。しかし、その融着工程では、いわゆる加熱や塩析等の利用で樹脂粒子の界面活性能を変化させて凝集せたりすることが必要となるため、温度分

布や凝集剤の濃度分布等を一定に保つ必要がある。

【0008】このように重合法トナーでは種々の製造上解決すべき問題点が残存しており、実用上満足できる製造方法は見いだされていないのが現状である。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、静電潜像現像用トナーをいわゆる重合法で造る時の上記問題点をなくし、シャープな粒径分布を持ち、トナー粒子間に性能のバラツキのない極めて均一な特性を持つ静電潜像現像用トナーと、その製造方法及びそれを用いた画像形成方法を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、鋭意検討の結果、重合性单量体を重合させ樹脂粒子を形成する段階での温度分布や媒体の流れ等を詳細に解析した結果、ある特定の攪拌方式を採用することにより、上記問題が解決できることを見いだした。すなわち、重合時の攪拌を特定構造の攪拌翼を使用することで重合性单量体の粗大粒子の発生や、いわゆるスケールの付着を防止することができ、重合時の凝集体の発生を抑制することができることを見出し、本発明を完成するに至ったものである。

【0011】又、樹脂粒子（重合体粒子）を融着させる工程において、温度分布及び媒体の流れが大きく影響を与えることを見いだし、その現象を詳細に解析することによって、ある特定の攪拌方式を採用することによって、上記問題を解決することができることを見いだした。すなわち、樹脂粒子を融着させる段階で、特定の攪拌翼の構成を有するものを使用することで融着後の粒子（着色粒子）の特性を極めて均一にすることが出来ることを見出したものである。

【0012】即ち、本発明の目的は、下記構成の何れかを探すことにより達成される。

【0013】〔1〕 少なくとも重合性单量体を重合して得られた樹脂粒子を融着させてなる静電潜像現像用トナーの製造方法に於いて、該重合性单量体を重合して樹脂粒子を得る工程が、攪拌槽中心部に回転軸を垂設し、この回転軸に複数の攪拌翼を上下多段に配設すると共に、上下隣接する攪拌翼の上段に位置する攪拌翼が下段に位置する攪拌翼に対して90度未満の交差角度で回転方向に先行して配設されてなる攪拌翼を備えた攪拌槽を用いて行われることを特徴とする静電潜像現像用トナーの製造方法。

【0014】〔2〕 少なくとも重合性单量体を重合して得られた樹脂粒子を融着させる工程を有する静電潜像現像用トナーの製造方法に於いて、該樹脂粒子を融着させる工程が、攪拌槽中心部に回転軸を垂設し、この回転軸に複数の攪拌翼を上下多段に配設すると共に、上下隣接する攪拌翼の上段に位置する攪拌翼が下段に位置する攪拌翼に対して90度未満の交差角度で、回転方向に先

行して配設された攪拌翼を備えた攪拌槽を用いることを特徴とする静電潜像現像用トナーの製造方法。

【0015】〔3〕 樹脂粒子が攪拌槽中心部に回転軸を垂設し、この回転軸に複数の攪拌翼を上下多段に配設すると共に、上下隣接する攪拌翼の上段に位置する攪拌翼が下段に位置する攪拌翼に対して90度未満の交差角度で、回転方向に先行して配設されてなる攪拌翼を備えた攪拌槽を用い、单量体を重合した樹脂粒子であることを特徴とする静電潜像現像用トナーの製造方法。

【0016】〔4〕 少なくとも樹脂粒子を融着させて得られる静電潜像現像用トナーに於いて、該樹脂粒子が、攪拌槽中心部に回転軸を垂設し、この回転軸に複数の攪拌翼を上下多段に配設するとともに、上下隣接する攪拌翼の上段に位置する攪拌翼が下段に位置する攪拌翼に対して90度未満の交差角度で、回転方向に先行して配設されてなる攪拌翼を備えた攪拌槽を用いて得られたものであることを特徴とする静電潜像現像用トナー。

【0017】〔5〕 〔4〕記載の静電潜像現像用トナーに於いて、該トナー粒子の体積平均粒径が3～9μmであり、該トナーの下記式で示される円形度の平均値が0.85～0.99の範囲内にあり、且つ円形度が0.85未満のトナー粒子が2個数%未満であることを特徴とする静電潜像現像用トナー。

【0018】円形度 = (円相当径から求めた円の周囲長) / (粒子投影像の周囲長)

〔6〕 潜像形成体上に形成された静電潜像を、トナーを含む現像剤により現像した後に画像支持体上に転写し、定着部材によりトナーを画像支持体上に定着する画像形成方法に於いて、該トナーが少なくとも重合工程を経て調製された樹脂粒子を融着させてなるトナーであり、前記樹脂粒子が攪拌槽の中心部に回転軸を垂設し、この回転軸に複数の攪拌翼を上下多段に配設するとともに、上下隣接する攪拌翼の上段に位置する攪拌翼が下段に位置する攪拌翼に対して90度未満の交差角度で、回転方向に先行して配設されてなる攪拌翼を備えた攪拌槽を用いて单量体を重合して得られた樹脂粒子であることを特徴とする画像形成方法。

【0019】本発明者らは鋭意検討の結果、特定の攪拌翼を使用することで、重合性单量体を重合させる段階での粒子の分布を均一にできること、大粒径の粒子の成長を防止できることを見いだした。この理由としては明確では無いが、従来一般的に使用されている図1（特開平7-292002：図5）に示される様な攪拌槽の攪拌翼の構成が一段の場合には、攪拌槽内に形成される媒体の流れが攪拌槽2の下部より上部への壁面を伝って動く流れのみになる。そのため、従来では一般的に攪拌槽に乱流形成部材9を配置することで乱流を形成し、攪拌の効率を増加することがなされている。しかし、この回転方向の流れのみが形成される場合には内部の媒体の上面での流れが悪くなるとともに、壁面に沿

った流れの停滞があり、その結果温度分布が不均一になり、局部的に温度上昇が起こったりする問題がある。また、重合段階でのラジカルの偏在などが起こり、重合反応が不均一になりやすく、壁面での流れの停滞により、重合粒子の合一などが発生することで大粒径の粒子の発生などが起こりやすくなっている。

【0020】本発明者らは鋭意検討した結果、攪拌翼の構成に着目し、媒体の流れを改善することでこの問題を解決することができることを見いたしたものである。

【0021】本発明に用いることの出来る攪拌翼を備えた攪拌槽について図を用いて説明する。図2は本発明の攪拌翼を備えた攪拌槽の一例である。攪拌槽の外周部に熱交換用のジャケット1を装着した縦型円筒状の攪拌槽2内の中心部に回転軸3を垂設し、該回転軸3に攪拌槽2の底面に近接させて配設された下段の攪拌翼4と、より上段に配設された攪拌翼5がある。上段の攪拌翼5は、下段に位置する攪拌翼4に対して回転方向に先行した交差角 α をもって配設されている。本発明においては交差角度 α は90度(°)未満である。この交差角の下限は特に限定されるものでは無いが、5°程度以上、好ましくは10°以上あればよい。これを上面断面図で示したのが図3である。もし3段以上の場合は、それぞれ隣接している攪拌翼間で交差角 α が90度未満であればよい。

【0022】この構成とすることで、上段に配設されている攪拌翼によります媒体が攪拌され、下側への流れが形成される。ついで、下段に配設された攪拌翼により、上段の攪拌翼で形成された流れがさらに下方へ加速されるとともにこの攪拌翼自体でも下方への流れが別途形成され、全体として流れが加速されて進行するものと推定される。この結果、壁面を伝った上部への媒体の流れが早くなるとともに、上部での液面の停滞が無く、スムーズに媒体が壁面から内部へ流れる構成となるものと推定される。この流れにより、液面上部での媒体の流れの停滞が無く、ラジカルが全体的に均一に存在し、さらに樹脂粒子間の合体も発生せず、温度分布も均一になることから、樹脂粒子間での分子量などの構成の相違が発生することも押さええることができるものと推定される。

【0023】また、樹脂粒子を融着させる段階では、従来の攪拌槽である図1の構成を使用した場合には、その媒体の流れの停滞等が起こるために、後述する凝集剤の偏在や温度分布の広がりなどが起こりやすく、樹脂粒子の融着が不均一になりやすく、その結果、樹脂粒子の粒子分布の増大や形状分布の増大が起こりやすい。

【0024】本発明者らの検討では、その凝集剤の偏在や温度分布の広がりを防止するために、攪拌翼の構成を種々検討した結果、本発明の攪拌翼の構成がその問題を解消することができることを見いたしたものである。

【0025】この構成とすることで、上段に配設されている攪拌翼によります媒体が攪拌され、下側への流れが

形成される。ついで、下段に配設された攪拌翼により、上段の攪拌翼で形成された流れがさらに下方へ加速されるとともにこの攪拌翼自体でも下方への流れが別途形成され、全体として流れが加速されて進行するものと推定される。この結果、壁面を伝った上部への媒体の流れが早くなるとともに、上部での液面の停滞が無く、スムーズに媒体が壁面から内部へ流れる構成となるものと推定される。この流れにより、液面上部での媒体の流れの停滞が無く、凝集剤の偏在や温度分布の広がりも防止され、樹脂粒子の融着を均一に進行させることができ、形成されたトナーの形状や粒度分布を均一にすることができるものである。

【0026】尚、図2及び3中、矢印は回転方向を、7は上部材料投入口を8は下部材料投入口を表す。又、9は攪拌を有効にするための乱流形成部材である。

【0027】ここにおいて攪拌翼の形状については、特に限定はないが、方形板状のもの、翼の一部に切り欠きのあるもの、中央部に一つ以上の中孔部分、いわゆるスリットがあるものなどを使用することができる。これらの例を図4に記載する。図4中(a)は攪拌翼の中孔部6のないもの、(b)は中央に大きな中孔部があるもの、(c)は横長の中孔部があるもの、(d)は縦長の中孔部があるものである。又、これらは上段と下段で中孔部が異なるものを用いても、同一のものを用いても良く、一方に中孔部の無いものを使用してもよい。

【0028】また、この攪拌翼の構成として使用することができる好ましい構成の例を図5～図9に示す。図5は攪拌翼の端部に突起及び又は端部に折り曲げ部を有する構成、図6は下段の攪拌翼にスリットを有すると共に端部に折り曲げと突起を有する構成、図7は下段の攪拌翼4の端部に突起4' と折り曲げ部4"を有する構成、図8は上段の攪拌翼に空隙があり下段の攪拌翼の端部に折り曲げと突起を有する構成、図9は攪拌翼の構成が3段である構成をそれぞれ示したものである。なお、攪拌翼の端部に於ける折り曲げ部の角度は5～45°程度が好ましい。

【0029】これら折り曲げ部(4"又は5")や上部あるいは下部への突起(4'又は5')、を有する構成を持つ攪拌翼は、乱流を効果的に発生するものであり、本発明の効果を得るために、有効なものである。

【0030】なお、上記の構成を有する上段と下段の攪拌翼の間隙は特に限定されるものでは無いが、少なくとも攪拌翼の間に間隙を有していることが好ましい。この理由としては明確では無いが、その間隙を通じて媒体の流れが形成されるため、攪拌効率が向上するもの考えられる。但し、間隙としては、静置状態での液面高さに対して0.5～50%の幅、好ましくは1～30%の幅である。

【0031】さらに、攪拌翼の大きさは特に限定されるものでは無いが、全攪拌翼の高さの総和が静置状態での

液面高さの50%~100%、好ましくは60%~95%である。

【0032】本発明のトナーは少なくとも樹脂(重合体)と着色剤を含有するものであるが、必要に応じて定着性改良剤である離型剤や荷電制御剤等を含有することもできる。さらに、上記樹脂と着色剤を主成分とするトナー粒子に対して無機微粒子や有機微粒子等で構成される外添剤を添加したものであってもよい。

【0033】本発明のトナーは、重合性単量体を重合させて形成された樹脂粒子を必要に応じて定着性改良剤、荷電制御剤、着色剤などを融着させてなるトナーである。この場合、必要な構成成分の添加剤の乳化液を加えた液中にて単量体を乳化重合し、微粒の重合体粒子を製造し、その後に、有機溶媒、凝集剤等を添加して融着する方法や、重合性単量体を重合させて形成された樹脂粒子を融着させる際にトナーの構成に必要な離型剤や着色剤などの分散液と混合し融着させて調製する方法や、重合性単量体中に離型剤や着色剤などのトナー構成成分を分散した上で乳化重合させ樹脂粒子を形成した後に融着させる方法などがあげられる。

【0034】本発明のトナーを製造する方法は、特に上述の様に限定されるものでは無いが、好適には特開平5-265252号公報や特開平6-329947号公報、特開平9-15904号公報に示す方法で粒子を形成させた後、加熱処理する方法が好ましい。すなわち、樹脂及び着色剤等より構成される微粒子を複数以上会合させる方法、特に水中にてこれらを乳化剤を用いて分散した後に、臨界凝集濃度以上の凝集剤を加え塩析すると同時に、形成された重合体自体のガラス転移点温度以上で加熱融着させ、その粒子を含水状態のまま流動状態で加熱乾燥する事により、本発明のトナーを形成することができる。尚、ここにおいて凝集剤と同時に水に対して無限溶解する有機溶媒を加えてもよい。

【0035】具体的には、樹脂を構成する重合性単量体として使用されるものは、スチレン、 α -メチルスチレン、 m -メチルスチレン、 p -メチルスチレン、 α -メチルスチレン、 p -クロロスチレン、3, 4-ジクロロスチレン、 p -フェニルスチレン、 p -エチルスチレン、2, 4-ジメチルスチレン、 p - t -ブチルスチレン、 p - n -ヘキシルスチレン、 p - n -オクチルスチレン、 p - n -ノニルスチレン、 p - n -デシルスチレン、 p - n -ドデシルスチレンの様なスチレンあるいはスチレン誘導体、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸 n -ブチル、メタクリル酸イソブチル、メタクリル酸イソブチル、メタクリル酸 t -ブチル、メタクリル酸 n -オクチル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ステアリル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸フェニル等のメタクリル酸エステル誘導体、エチレン、プロピレン、イソブチレン等のオレフィン類、塩化ビニル、塩化ビニリデン、臭化ビニル、フッ化ビニル、フッ化ビニリデン等のハロゲン系ビニル類、プロピオン酸ビニル、酢酸ビニル、ベンゾエ酸ビニル等のビニルエステル類、ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテル等のビニルエーテル類、ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルヘキシルケトン等のビニルケトン類、N-ビニルカルバゾール、N-ビニルインドール、N-ビニルビロリド等のN-ビニル化合物、ビニルナフタレン、ビニルビリジン等のビニル化合物類、アクリロニトリル、メタアクリロニトリル、アクリルアミド等のアクリル酸あるいはメタクリル酸誘導体がある。これらビニル系単量体は単独あるいは組み合わせて使用することができる。

【0036】また、樹脂を構成する重合性単量体としてイオン性解離基を有するものを組み合わせて用いることがさらに好ましい。例えば、カルボキシル基、スルフォン酸基、リン酸基等の置換基を単量体の構成基として有するもので、具体的には、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、イタコン酸、ケイ皮酸、フマール酸、マレイン酸モノアルキルエステル、イタコン酸モノアルキルエステル、スチレンスルフォン酸、アリルスルフォン酸、2-アクリラミド-2-メチルプロパンスルfonyl酸、アシッドホスホオキシエチルメタクリレート、3-クロロ-2-アシッドホスホオキシプロピルメタクリレート等があげられる。

【0037】さらに、ジビニルベンゼン、エチレングリコールジメタクリレート、エチレングリコールジアクリレート、ジエチレングリコールジメタクリレート、ジエチレングリコールジアクリレート、トリエチレングリコールジメタクリレート、トリエチレングリコールジアクリレート、ネオベンチルグリコールジメタクリレート、ネオベンチルグリコールジアクリレート等の多官能性ビニル類を使用して架橋構造の樹脂とすることもできる。

【0038】これら重合性単量体はラジカル重合開始剤を用いて重合することができる。この場合、油溶性重合開始剤としてはアゾイソブチロニトリル、ラウリルバーオキサイド、ベンゾイルバーオキサイド等が使用でき、水溶性ラジカル重合開始剤としては、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩、アゾビスアミノジブロバン酢酸塩、アゾビスシアノ吉草酸及びその塩、過酸化水素等を挙げることができる。

【0039】本発明において優れた樹脂としては、ガラス転移点が20~90°Cのものが好ましく、軟化点が80~220°Cのものが好ましい。ガラス転移点は示差熱

量分析方法で測定されるものであり、軟化点は高化式フローテスターで測定することができる。さらに、これら樹脂としてはゲルバーミエーションクロマトグラフィーにより測定される分子量が数平均分子量 (M_n) で 1000~100000、重量平均分子量 (M_w) で 2000~1000000 のものが好ましい。さらに、分子量分布として、 M_w/M_n が 1.5~100、特に 1.8~7.0 のものが好ましい。

【0040】融着段階で使用される凝集剤としては特に限定されるものでは無いが、金属塩から選択されるものが好適に使用される。具体的には、一価の金属として例えばナトリウム、カリウム、リチウム等のアルカリ金属の塩、二価の金属として例えばカルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類の金属塩、マンガン、銅等の二価の金属の塩、鉄、アルミニウム等の三価の金属の塩等があげられ、具体的な塩としては、塩化ナトリウム、塩化カリウム、塩化リチウム、塩化カルシウム、塩化亜鉛、硫酸銅、硫酸マグネシウム、硫酸マンガン等を挙げることができる。これらは組み合わせて使用してもよい。

【0041】これらの凝集剤は臨界凝集濃度以上添加することが好ましい。この臨界凝集濃度とは、水性分散物の安定性に関する指標であり、凝集剤を添加して凝集が発生する濃度を示すものである。この臨界凝集濃度は、乳化された成分及び分散剤自体によって大きく変化するものである。例えば、岡村誠三他著「高分子化学 17、601 (1960) 日本高分子学会編」等に記述されており、詳細な臨界凝集濃度を求めることができる。また、別な手法として、目的とする粒子分散液に所望の塩を濃度変えて添加し、その分散液の ζ (ゼータ) 電位を測定し、この値が変化する塩濃度を臨界凝集濃度として求めることもできる。

【0042】本発明の凝集剤の添加量は、臨界凝集濃度以上であればよいが、好ましくは臨界凝集濃度の 1.2 倍以上、さらに好ましくは 1.5 倍以上添加することがよい。

【0043】無限溶解する溶媒とは、すなわち水に対して無限溶解する溶媒を示し、この溶媒は、本発明に於いては形成された樹脂を溶解させないものが選択される。具体的には、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、*t*-ブタノール、メトキシエタノール、ブトキシエタノール等のアルコール類、アセトニトリル等のニトリル類、ジオキサン等のエーテル類をあげることができる。特に、エタノール、プロパノール、イソブロピルアルコールが好ましい。

【0044】この無限溶解する溶媒の添加量は、凝集剤を添加した重合体含有分散液に対して 1~300 体積% が好ましい。

【0045】本発明のトナーに使用する着色剤としてはカーボンブラック、磁性体、染料、顔料等を任意に使用することができ、カーボンブラックとしてはチャネルブ

ラック、ファーネスブラック、アセチレンブラック、サーマルブラック・ランプブラック等が使用される。磁性体としては鉄、ニッケル、コバルト等の強磁性金属、これらの金属を含む合金、フェライト、マグネタイト等の強磁性金属の化合物、強磁性金属を含まないが熱処理する事により強磁性を示す合金、例えばマンガン-銅-アルミニウム、マンガン-銅-錫等のホイスラー合金と呼ばれる種類の合金、二酸化クロム等を用いる事ができる。

【0046】染料としては C. I. ソルベントレッド 1、同 49、同 52、同 58、同 63、同 111、同 122、C. I. ソルベントイエロー 19、同 44、同 77、同 79、同 81、同 82、同 93、同 98、同 103、同 104、同 112、同 162、C. I. ソルベントブルー 25、同 36、同 60、同 70、同 93、同 95 等を用いる事ができ、またこれらの混合物も用いる事ができる。顔料としては C. I. ピグメントレッド 5、同 48:1、同 53:1、同 57:1、同 122、同 139、同 144、同 149、同 166、同 177、同 178、同 222、C. I. ピグメントオレンジ 31、同 43、C. I. ピグメントイエロー 14、同 17、同 93、同 94、同 138、C. I. ピグメントグリーン 7、C. I. ピグメントブルー 15:3、同 60 等を用いる事ができ、これらの混合物も用いる事ができる。数平均一次粒子径は種類により多様であるが、概ね 10~200 nm 程度が好ましい。

【0047】着色剤の添加方法としては、乳化重合法で調製した重合体粒子を、凝集剤を添加することで凝集させる段階で添加し重合体を着色する方法や、単量体を重合させる段階で着色剤を添加し、重合し、着色粒子とする方法等を使用することができる。なお、着色剤は重合体を調製する段階で添加する場合はラジカル重合性を阻害しない様に表面をカップリング剤等で処理して使用する事が好ましい。

【0048】さらに、定着性改良剤としての低分子量ポリプロピレン (数平均分子量 = 1500~9000) や低分子量ポリエチレン等を添加してもよい。

【0049】また、荷電制御剤としてアゾ系金属錯体、4 級アンモニウム塩等を用いてもよい。

【0050】又、本発明のトナーでは、外添剤として無機微粒子や有機微粒子などの微粒子を添加して使用することにより効果を発揮することができる。この理由としては、前述に示した様に、外添剤の埋没や脱離を効果的に抑制することができるため、その効果が顕著にであるものと推定される。

【0051】この無機微粒子としては、シリカ、チタニア、アルミナ等の無機酸化物粒子の使用が好ましく、さらに、これら無機微粒子はシランカップリング剤やチタンカップリング剤等によって疎水化処理されていることが好ましい。疎水化処理の程度としては特に限定される

ものでは無いが、メタノールウェッタビリティとして40～95のものが好ましい。メタノールウェッタビリティとは、メタノールに対する濡れ性を評価するものである。この方法は、内容量250mlのピーカー中に入れた蒸留水50mlに、測定対象の無機微粒子を0.2g秤量し添加する。メタノールを先端が液体中に浸せきされているピュレットから、ゆっくり攪拌した状態で無機微粒子の全体が濡れるまでゆっくり滴下する。この無機微粒子を完全に濡らすために必要なメタノールの量をa(ml)とした場合に、下記式により疎水化度が算出される。

【0052】疎水化度 = $\{a / (a + 50)\} \times 100$
この外添剤の添加量としては、トナー中に0.1~5.0重量%、好ましくは0.5~4.0重量%である。また、外添剤としては種々のものを組み合わせて使用してもよい。

【0053】本発明のトナーの粒径は、前述したことく体積平均粒径で3～9μmのものが好ましい。この粒径は、凝集剤の濃度や有機溶媒の添加量、さらには重合体自体の組成によって制御することができる。また、トナー粒子（着色粒子）の体積平均粒径は実際の測定においてはコールターカウンターTA-II或いはコールターマルチサイザーで比較的容易に測定することが出来る。

【0054】本発明のトナーは、例えば磁性体を含有させて一成分磁性トナーとして使用する場合、いわゆるキャリアと混合して二成分現像剤として使用する場合、非磁性トナーを単独で使用する場合等が考えられ、いずれも好適に使用することができるが、本発明ではキャリアと混合して使用する二成分現像剤として使用することがより好ましい。

【0055】二成分現像剤を構成するキャリアとしては鉄、フェライト等の磁性材料粒子のみで構成される非被覆キャリア、あるいは磁性材料粒子表面を樹脂等によって被覆した樹脂被覆キャリアのいずれを使用してもよい。このキャリアの平均粒径は体積平均粒径で30～150μmが好ましい。また、被覆するための樹脂としては特に限定されるものでは無いが、例えばスチレンーアクリル樹脂やシリコーン樹脂を挙げることができる。

【0056】本発明のトナーの形状係数は、走査型電子顕微鏡により500倍にトナー粒子を拡大した写真を撮影し、ついでこの写真に基づいて「SCANNING IMAGE ANALYSER」(日本電子社製)を用いて写真画像の解析を行うものである。

【0057】本発明においては形状係数は、下記の円形度として定義することが出来る。

【0058】円形度 = (円相当径から求めた円の周囲長) / (粒子投影像の周囲長)

本発明において、トナーの円形度の平均値が0.85～0.99の範囲内にあり、且つ円形度が0.85未満のトナー粒子が2個数%未満である場合には、特に良い結果

果を期待することが出来る。

【0059】円形度が0.85未満であると形状が不定形化されるため、現像器内部の攪拌等によるストレスで磨碎が発生し、キャリアや現像器への付着が発生し、耐久性が低下する可能性があり、また、円形度が0.99を越える場合には形状が球形化するために、クリーニング性が低下する可能性がある。

〔0060〕一方、円形度が0.85未満のトナーが2個数%以上存在すると、磨碎されやすく、耐久性の低下が引き起こされてしまうことがある。

【0061】更に、個数基準の標準偏差が0.05以下であることが好ましい。標準偏差が0.05を越える場合には形状の分布が拡大しているために、現像性に分布を生じ、選択現像が起り、長期に渡る現像を安定化することができない。いわゆるカブリや画像濃度の変化が発生することが考えられる。

【0062】又、トナーの粒径はコールターマルチサイザーで測定された体積平均粒径が3~9 μ mのものが好ましい。

【0063】本発明の構成を得るためには、特に重合法で調製された粒子を乾燥する際に、粒子を気流中で加熱乾燥する方法を採用することで、本発明の構成をよりよく達成することができる。

【0064】この理由は明確では無いが、過剰に水分が存在した状態で気流中で加熱乾燥すること、極微小領域で水分によって膨潤した部分が加熱されることで形状変化が発生し、結果として形状が均一になっていくものと推定される。この加熱を行う場合には、減率乾燥段階で気流中加熱処理を行うことが好ましい。

30 【0065】この際に重合体粒子（樹脂粒子）に対して10重量%以上水が存在していることがより好ましい。この理由としては、気流中での加熱を行うため、粒子自体が高い温度になってしまふと形状が球形化することや、表面の組成に変化が起こる等の問題を生じる場合があり、粒子自体が軟化するような高い温度にならないためにも水分を10重量%以上含有しているものを使用することが好ましい。この方法では粒子自体が軟化する温度までにする必要はなく、これにより形状の球形化自体は促進されない。

40 【0066】なお、水分含有量の上限としては特に限定されるものでは無いが、50重量%である。この程度の量より水が多く存在している場合には、熱の伝達が不足し、形状を均一化することが困難になることもある。

【0067】本発明で好ましく用いることが出来る気流乾燥装置の例としては、いわゆるスプレードライ装置、振動流動層乾燥機、高速流動乾燥機、フラッシュジェットドライヤーなどがある。この場合、気流の温度としては、30～200℃がよい。

【0068】本発明のトナーが使用できる現像方式としては特に限定されない。接触現像方式あるいは非接触現

像方式等に好適に使用することができる。特に本発明のトナーは、高い帯電立ち上がり性を有していることから、非接触現像方法や一成分現像方式等に有用である。すなわち、非接触現像方法では現像電界の変化が大きいことから、微少な帯電の変化が大きく現像自体に作用する。しかし、本発明のトナーは帯電立ち上がり性が良いことから、帯電の変化が少なく、安定した帯電量を確保することができるため、非接触現像方法でも安定した画像を長期に渡って形成することができる。さらに、一成分現像方式ではトナーに対して帯電付与を行うキャリア等の部材が無いため、トナー自体として帯電立ち上がりが早いことが望まれており、本発明のトナーはその帯電立ち上がりが早いことから、有用である。

【0069】接触方式の現像としては、本発明のトナーを有する現像剤の層厚は現像領域に於いて0.1~8mm、特に、0.4~5mmであることが好ましい。また、感光体と現像剤担持体との間隙は、0.1~7mm、特に、0.2~4mmであることが好ましい。

【0070】又、非接触系現像方式としては、現像剤担持体上に形成された現像剤層と感光体とが接触しないものであり、この現像方式を構成するために現像剤層は薄層で形成されることが好ましい。この方法は現像剤担持体表面の現像領域で20~500μmの現像剤層を形成させ、感光体と現像剤担持体との間隙が該現像剤層よりも大きい間隙を有するものである。この薄層形成は磁気の力を使用する磁性ブレードや現像剤担持体表面に現像剤層規制棒を押圧する方式等で形成される。さらに、ウレタンブレードや燐青銅板等を現像剤担持体表面に接触させ現像剤層を規制する方法もある。押圧規制部材の押圧力としては1~15g f/mmが好適である。押圧力が小さい場合には規制力が不足するために搬送が不安定になりやすく、一方、押圧力が大きい場合には現像剤に対するストレスが大きくなるため、現像剤の耐久性が低下しやすい。好ましい範囲は3~10g f/mmである。現像剤担持体と感光体表面の間隙は現像剤層よりも大きいことが必要である。さらに、現像に際して現像バイアスを付加する場合、直流成分のみ付与する方式でも良いし、交流バイアスを印加する方式のいずれでも良い。

【0071】現像剤担持体の大きさとしては直径が10~40mmのものが好適である。直径が小さい場合には現像剤の混合が不足し、トナーに対して充分な帯電付与を行うに充分な混合を確保することが困難となり、直径が大きい場合には現像剤に対する遠心力が大きくなり、トナーの飛散の問題を発生しやすい。

【0072】以下、非接触現像方式の一例を図10~12を用いて説明する。

【0073】現像剤担持体としては内部に固定された磁石を配置したスリーブで構成されており、そのスリーブが回転することによって現像剤(トナー)を現像領域に

搬送するものである。その材質としてはステンレス、アルミが好ましい。特に好ましい例としてはアルミスリーブ表面に導電性カーボンを分散したフェノール樹脂を被覆したものをあげることができる。

【0074】現像剤層規制部材はトナー層を現像剤担持体上に均一に規制するためのもので、磁性を有する板状のものや非磁性の板状のものを使用して現像剤担持体との間に一定の間隙を構成してトナー層を規制する方式、あるいはウレタン等のゴム弾性を有する部材を現像剤担持体に当接する方式、さらには燐青銅板などの弾性を有する金属板を現像剤担持体に当接する方式などをあげることができる。

【0075】現像剤層は現像剤担持体と静電潜像担持体である感光体との間隙(a)よりも薄い層で現像剤担持体に搬送されるのが好ましい。間隙(a)の好ましい範囲は100~500μmであり、現像剤層はこの間隙よりも薄く搬送され、概ね50~300μmの層で搬送されることが好ましい。

【0076】さらに、この現像剤担持体と感光体との間には交番電界を印加することが好ましい。この交番電界を印加することによってトナーを有効に飛翔させることができ。この交番電界の条件は、交流周波数fが200~4,000Hzであり、交流電圧Vppが500~3,000Vであることが好ましい。この交番電界を使用する場合にはトナーとして均一な帯電性と磁性を有していることが必要である。すなわち、トナー間で磁性や帯電性に分布を有している場合には交番電界による弱帯電性トナーなどの引き戻し効果が相殺され、結果として画質を向上する効果が低下する。本発明の様な水系媒体中で融着させることで形成されたトナーが有する形状の均一性や磁性の均一性によって画質をさらに向上することができるものである。

【0077】以下、本発明の画像形成方法の現像装置について具体的に説明する。

【0078】図10は本発明に係わる現像装置の構成断面図である。

【0079】図10において、公知のプロセスにより形成された静電潜像を担持する像担持体、例えば電子写真感光体ドラム11は、矢印B方向に回転される。現像剤担持体としての現像スリーブ18は、ホッパー13によって供給された磁性一成分現像剤としての磁性トナー14を担持して、矢印A方向に回転することにより、現像スリーブ18と感光体ドラム11とが対向した現像領域Dに磁性トナー14を搬送する。現像スリーブ18内には、磁性トナー14を現像スリーブ18上に磁気的に吸引、保持するために、磁石15が配置されている。磁性トナー14は現像スリーブ18との摩擦により、感光体ドラム11上の静電潜像を現像可能な摩擦帯電荷を得る。

【0080】現像領域Dに搬送される磁性トナー14の

層厚を規制するために、強磁性金属からなる磁性ブレード12が、現像スリープ18の表面から100～500μmのギャップ幅を持って現像スリープ18に臨むように、ホッパー13から垂下されている。磁石15の磁極Nからの磁力線が磁性ブレード12に集中することにより、現像スリープ18上に磁性トナー14の薄層が形成される。磁性ブレード12としては非磁性ブレードを使用することもできる。

【0081】現像スリープ18上に形成される磁性トナー14の薄層の厚みは、現像領域Dにおいて現像スリープ18と感光体ドラム11との間の最小間隙よりも更に薄いものであることが好ましい。このようなトナー薄層により静電潜像を現像する方式の現像装置、即ち非接触現像型現像装置に、本発明は特に有効である。しかし、現像領域においてトナー層の厚みが現像スリープ18と感光体ドラム11との間の最小間隙以上の厚みである現像装置、即ち接触現像型現像装置にも、本発明は適用することができる。

【0082】説明の煩雑を避けるため、以下の説明では、非接触現像型現像装置を例に採って行なう。

【0083】上記現像スリープ18には、これに担持された磁性一成分現像剤である磁性トナー14のトナー層から感光体ドラム11に向けて磁性トナー14を飛翔させるために、電源19により現像バイアス電圧が印加される。この現像バイアス電圧として直流電圧を使用するときは、静電潜像画像部（磁性トナー14が付着して可視化される領域）の電位と背景部の電位との間の値の電圧が、現像スリープ18に印加されることが好ましい。一方、現像画像の濃度を高め或いは階調性を向上するために、現像スリープ18に交番バイアス電圧を印加して、現像領域Dに向きが交互に反転する振動電界を形成してもよい。この場合、上記画像部の電位と背景部の電位の間の値を有する直流電圧成分が重畠された交番バイアス電圧を現像スリープ18に印加することが好ましい。

【0084】又、高電位部と低電位部を有する静電潜像の高電位部にトナーを付着させて可視化する所謂正規現像では、静電潜像の極性と逆極性に帶電するトナーを使用し、一方、静電潜像の低電位部にトナーを付着させて可視化する所謂反転現像では、トナーは静電潜像の極性と同極性に帶電するトナーを使用する。尚、高電位、低電位というのは、絶対値による表現である。いずれにしても、磁性トナー14は現像スリープ18との摩擦により静電潜像を現像するための極性に帶電される。

【0085】図11は、本発明に係わる現像装置の他の実施例を示す構成断面図、図12は本発明に係わる現像装置の更に他の実施例を示す構成断面図である。

【0086】図11及び図12の現像装置では、現像スリープ18上の磁性トナー14の層厚を規制する部材として、ウレタンゴム、シリコーンゴム等のゴム弾性を有

する材料、或いはリン青銅、ステンレス鋼等の金属弾性を有する材料などの弾性板20を使用し、この弾性板20を図11の現像装置では現像スリープ18に回転方向と逆方向の姿勢で圧接させ、図12の現像装置では現像スリープ18に回転方向と同方向の姿勢で圧接させていることが特徴である。このような現像装置では、現像スリープ18上に更に薄いトナー層を形成することができる。図11及び図12の現像装置のその他の構成は図5に示した現像装置と基本的に同じで、図11及び図12において図10に付した符号と同一の符号は同一の部材を示す。

【0087】上記のようにして現像スリープ18上にトナー層を形成する図11、図12に示すような現像装置は、磁性トナーを主成分とする磁性一成分現像剤を使用するものに適している。いずれの場合も、弾性板20によりトナーを現像スリープ18上に擦りつけるため、トナーの摩擦帶電量も多くなり、画像濃度の向上が図られる。従って高質環境下でのトナーの帶電量不足に対処するのに適している。

【0088】さて、前記の現像スリープ18は、スリープ基体16の微細凹凸の設けられた表面、即ち粗面に、少なくともグラファイト等の導電性微粒子を含有、分散した樹脂被膜層17を形成してなっている。磁性トナー14はこの樹脂被膜層17により、潜像を現像するための極性に摩擦帶電される。樹脂被膜層17の表面には含有させたグラファイト等の微粒子が露出されている。グラファイト等の導電性微粒子は磁性トナー14の帶電過多分をリードさせ、又優れた固体潤滑性を有しているので、微粉トナーの現像スリープ18への付着力を低下させるのに役立っている。

【0089】トナー像を転写材に転写した後、感光体上に残留したトナーはクリーニングにより除去され、感光体は次のプロセスに繰り返し使用される。

【0090】本発明に於いてクリーニングする機構に関しては特に限定されず、ブレードクリーニング方式、磁気ブラシクリーニング方式、ファーブラシクリーニング方式などの公知のクリーニング機構を任意に使用することができる。これらクリーニング機構として、好適ものはいわゆるクリーニングブレードを用いたブレードクリーニング方式である。

【0091】本発明に使用される好適な定着方法は、熱ロール定着方式があげられる。

【0092】この定着方式では、多くの場合表面にテトラフルオロエチレンやポリテトラフルオロエチレンーパーフルオロアルコキシビニルエーテル共重合体類等を被覆した鉄やアルミニウム等で構成される金属シリンダー内部に熱源を有する上ローラーとシリコーンゴム等で形成された下ローラーとから形成されている。熱源としては、線状のヒーターを有し、上ローラーの表面温度を120～200°C程度に加熱するものが代表例である。定

着部に於いては上ローラーと下ローラー間に圧力を加え、下ローラーを変形させ、いわゆるニップを形成する。ニップ幅としては1~10mm、好ましくは1.5~7mmである。定着線速は40~400mm/secが好ましい。ニップが狭い場合には熱を均一にトナーに付与することができなくなり、定着のムラを発生する。一方でニップ幅が広い場合には樹脂の溶融が促進され、定着オフセットが過多となる問題を発生する。

【0093】定着クリーニングの機構を付与して使用してもよい。この方式としてはシリコーンオイルを定着の上ローラーあるいはフィルムに供給する方式やシリコーンオイルを含浸したパッド、ローラー、ウェップ等でクリーニングする方法が使用できる。

【0094】

【実施例】次に本発明の態様を実施例にて更に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0095】(着色粒子製造法例1) n-ドデシル硫酸ナトリウム0.90kgと純水10.0lを入れ攪拌溶解する。この溶液に、リーガル330R(キャボット社製カーボンブラック)1.20kgを徐々に加え、1時間よく攪拌した後に、サンドグラインダー(媒体型分散機)を用いて、20時間連続分散した。このものを「着色剤分散液1」とする。また、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム0.055kgとイオン交換水4.0lからなる溶液を「アニオン界面活性剤溶液A」とする。

【0096】ノニオン系界面活性剤0.014kgとイオン交換水4.0lからなる溶液を「ノニオン界面活性剤溶液B」とする。過硫酸カリウム223.8gをイオン交換水12.0lに溶解した溶液を「開始剤溶液C」とする。

【0097】温度センサー、冷却管、窒素導入装置を付けた1001のGL(グラスライニング)反応釜に、WAXエマルジョン(数平均分子量3000のポリブロビレンエマルジョン:数平均一次粒子径=120nm/固形分濃度29.9%)3.41kgと「アニオン界面活性剤溶液A」全量と「ノニオン界面活性剤溶液B」全量とを入れ、攪拌を開始する。攪拌翼の構成と攪拌翼の角度及び全体の大きさを表1に示す様に種々に変更して行った。次いで、イオン交換水44.0lを加える。

【0098】加熱を開始し液温度が75°Cになったところで、「開始剤溶液C」全量を滴下して加えた。その後、液温度を75°C±1°Cに制御しながら、スチレン12.1kgとアクリル酸n-ブチル2.88kgとメタクリル酸1.04kgとt-ドデシルメルカプタン54.8gとを滴下しながら投入する。滴下終了後、液温度を80°C±1°Cに上げて6時間加熱攪拌を行った。ついで、液温度を40°C以下に冷却し攪拌を停止しポールフィルターで濾過し、これを「ラテックス①-A」とする。

【0099】なお、ラテックス①-A中の樹脂粒子のガ

ラス転移温度は57°C、軟化点は121°C、分子量分布は、重量平均分子量=1.27万、重量平均粒径は120nmであった。

【0100】また、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム0.055kgをイオン交換純水4.0lに溶解した溶液を「アニオン界面活性剤溶液D」とする。また、ノニオン系界面活性剤0.014kgをイオン交換水4.0lに溶解した溶液を「ノニオン界面活性剤溶液E」とする。

【0101】過硫酸カリウム(関東化学社製)200.7gをイオン交換水12.0lに溶解した溶液を「開始剤溶液F」とする。

【0102】温度センサー、冷却管、窒素導入装置、樹形バッフルを付けた1001のGL反応釜(攪拌翼の構成の詳細は表1参照)に、WAXエマルジョン(数平均分子量3000のポリブロビレンエマルジョン:数平均一次粒子径=120nm/固形分濃度29.9%)

3.41kgと「アニオン界面活性剤溶液D」全量と「ノニオン界面活性剤溶液E」全量とを入れ、攪拌を開始する。次いで、イオン交換水44.0lを投入する。加熱を開始し、液温度が70°Cになったところで、「開始剤溶液F」を添加する。ついで、スチレン11.0kgとアクリル酸n-ブチル4.00kgとメタクリル酸1.04kgとt-ドデシルメルカプタン9.02gとをあらかじめ混合した溶液を滴下する。滴下終了後、液温度を72°C±2°Cに制御して、6時間加熱攪拌を行った。さらに液温度を80°C±2°Cに上げて12時間加熱攪拌を行った。液温度を40°C以下に冷却し攪拌を停止する。ポールフィルターで濾過し、この濾液を「ラテックス①-B」とした。

【0103】なお、ラテックス①-B中の樹脂粒子のガラス転移温度は58°C、軟化点は132°C、分子量分布は、重量平均分子量=24.5万、重量平均粒径は110nmであった。

【0104】塩析剤としての塩化ナトリウム5.36kgをイオン交換水20.0lに溶解した溶液を「塩化ナトリウム溶液G」とする。

【0105】フッ素系ノニオン界面活性剤1.00gをイオン交換水1.00lに溶解した溶液を「ノニオン界面活性剤溶液H」とする。

【0106】温度センサー、冷却管、窒素導入装置、1001のSUS反応釜(攪拌翼の構成を別表に示す)に、上記で作製したラテックス①-A=20.0kgとラテックス①-B=5.2kgと着色剤分散液1=0.4kgとイオン交換水20.0kgとを入れ攪拌する。ついで40°Cに加温し、塩化ナトリウム溶液G、イソブロノール(関東化学社製)6.00kg、ノニオン界面活性剤溶液Hをこの順に添加する。その後、10分間放置した後に昇温を開始し、液温度85°Cまで60分で昇温する。液温度85°C±2°Cにて、6時間加熱攪拌

し、塩析／融着させる。その後、40°C以下に冷却し攪拌を停止する。目開き45μmの篩いで濾過しこの濾液を会合液①とする。ついで、ヌッチャ用いて、会合液①よりウェットケーキ状の非球形状粒子を濾取した。その後、イオン交換水により洗浄した。

【0107】この非球形状粒子をフラッシュジェットド*

(製造法例1)

着色粒子番号	交差角度α	攪拌翼構成	上下段の間隙	攪拌翼の高さ
着色粒子 1	5°	図5	1%	90%
着色粒子 2	15°	図5	1%	90%
着色粒子 3	25°	図5	1%	90%
着色粒子 4	45°	図5	1%	90%
着色粒子 5	55°	図5	1%	90%
着色粒子 6	75°	図5	1%	90%
着色粒子 7	95°	図5	1%	90%
着色粒子 8	15°	図5	5%	90%
着色粒子 9	15°	図5	15%	90%
着色粒子 10	15°	図5	35%	90%
着色粒子 11	15°	図5	1%	65%
着色粒子 12	15°	図5	1%	55%
着色粒子 13	15°	図5	1%	95%
着色粒子 14	15°	図5	1%	105%
着色粒子 15	15°	図6	1%	90%
着色粒子 16	15°	図7	1%	90%
着色粒子 17	15°	図8	1%	90%
着色粒子 18	15°	図9	1%	90%
着色粒子 19	—	図1	1%	90%
着色粒子 20	0°	図13	1%	90%

上下段の間隙、攪拌翼の高さ：静置状態での液面高に対する%

【0110】(着色粒子製造法2) 着色粒子製造法例

1に於いて、着色剤をカーボンブラックの代わりに磁性 30

粉(球形マグネタイト：数平均一次粒子径=210n

m)を30.0kg使用した他は同様にして着色粒子を

得た。

【0111】上記のごとくして表2に記す着色粒子21

～40を得た。

【0112】

【表2】

(製造法例2)

着色粒子番号	交差角度 α	搅拌翼構成	上下段の間隙	搅拌翼の高さ
着色粒子21	5°	図5	1%	90%
着色粒子22	15°	図5	1%	90%
着色粒子23	25°	図5	1%	90%
着色粒子24	45°	図5	1%	90%
着色粒子25	55°	図5	1%	90%
着色粒子26	75°	図5	1%	90%
着色粒子27	95°	図5	1%	90%
着色粒子28	15°	図5	5%	90%
着色粒子29	15°	図5	15%	90%
着色粒子30	15°	図5	35%	90%
着色粒子31	15°	図5	1%	65%
着色粒子32	15°	図5	1%	55%
着色粒子33	15°	図5	1%	95%
着色粒子34	15°	図5	1%	105%
着色粒子35	15°	図6	1%	90%
着色粒子36	15°	図7	1%	90%
着色粒子37	15°	図8	1%	90%
着色粒子38	15°	図9	1%	90%
着色粒子39	—	図1	1%	90%
着色粒子40	0°	図13	1%	90%

上下段の間隙、搅拌翼の高さ：静置状態での液面高に対する%

【0113】以下に、得られた着色粒子の粒径などの物
性を示す。 * 【0114】
* 【表3】

着色粒子番号	体積平均粒径	円形度	円形度0.85未満の比率
着色粒子1	6.3 μm	0.92	0.8個数%
着色粒子2	6.4 μm	0.89	0.9個数%
着色粒子3	6.3 μm	0.88	1.2個数%
着色粒子4	6.3 μm	0.86	1.3個数%
着色粒子5	6.3 μm	0.86	1.7個数%
着色粒子6	6.3 μm	0.86	1.8個数%
着色粒子7	6.3 μm	0.83	4.9個数%
着色粒子8	6.4 μm	0.86	1.6個数%
着色粒子9	6.3 μm	0.87	1.1個数%
着色粒子10	6.3 μm	0.85	1.9個数%
着色粒子11	6.3 μm	0.88	0.5個数%
着色粒子12	6.3 μm	0.85	1.9個数%
着色粒子13	6.3 μm	0.86	0.6個数%
着色粒子14	6.3 μm	0.85	1.9個数%
着色粒子15	6.4 μm	0.88	0.9個数%
着色粒子16	6.5 μm	0.88	0.5個数%
着色粒子17	6.5 μm	0.87	1.6個数%
着色粒子18	6.5 μm	0.87	0.5個数%
着色粒子19	6.5 μm	0.83	4.2個数%
着色粒子20	6.5 μm	0.83	4.3個数%

【0115】

【表4】

着色粒子番号	体積平均粒径	円形度	円形度0.85 未満の比率
着色粒子21	6.4 μm	0.92	0.6個数%
着色粒子22	6.5 μm	0.89	0.8個数%
着色粒子23	6.5 μm	0.88	1.1個数%
着色粒子24	6.5 μm	0.86	1.2個数%
着色粒子25	6.5 μm	0.86	1.7個数%
着色粒子26	6.5 μm	0.86	1.9個数%
着色粒子27	6.6 μm	0.83	4.8個数%
着色粒子28	6.4 μm	0.86	1.7個数%
着色粒子29	6.4 μm	0.87	1.0個数%
着色粒子30	6.4 μm	0.85	1.9個数%
着色粒子31	6.4 μm	0.88	0.4個数%
着色粒子32	6.4 μm	0.85	1.9個数%
着色粒子33	6.4 μm	0.86	0.6個数%
着色粒子34	6.3 μm	0.85	1.8個数%
着色粒子35	6.4 μm	0.88	0.8個数%
着色粒子36	6.5 μm	0.88	0.5個数%
着色粒子37	6.5 μm	0.87	1.7個数%
着色粒子38	6.5 μm	0.87	0.5個数%
着色粒子39	6.6 μm	0.84	4.3個数%
着色粒子40	6.5 μm	0.83	4.5個数%

【0116】上記着色粒子に対して下記に示す外添剤を
添加、ヘンシェルミキサーで混合してトナーを得た。な
お、添加量は着色粒子に対する重量%を示す。

* 【0117】

【表5】

トナー番号	着色粒子番号	外添剤種及び添加量
トナー1	着色粒子1	シリカA=0.8%/チタニアA=0.8%
トナー2	着色粒子2	シリカA=0.9%/チタニアB=0.8%
トナー3	着色粒子3	シリカA=1.2%/チタニアC=0.8%
トナー4	着色粒子4	シリカB=1.1%
トナー5	着色粒子5	シリカC=1.0%
トナー6	着色粒子6	シリカA=0.8%/チタニアA=0.8%
トナー7	着色粒子7	シリカA=0.8%/チタニアB=0.8%
トナー8	着色粒子8	シリカA=0.8%/チタニアC=0.8%
トナー9	着色粒子9	シリカA=0.8%
トナー10	着色粒子10	シリカB=0.9%
トナー11	着色粒子11	シリカB=1.2%
トナー12	着色粒子12	シリカB=1.1%
トナー13	着色粒子13	シリカB=1.0%
トナー14	着色粒子14	シリカA=0.8%/チタニアA=0.8%
トナー15	着色粒子15	シリカA=0.8%/チタニアB=0.8%
トナー16	着色粒子16	シリカA=0.8%/チタニアC=0.8%
トナー17	着色粒子17	シリカA=0.8%/チタニアA=0.8%
トナー18	着色粒子18	シリカA=0.9%/チタニアB=0.8%
トナー19	着色粒子19	シリカA=1.2%/チタニアC=0.8%
トナー20	着色粒子20	シリカB=1.1%

【0118】

【表6】

トナー番号	着色粒子番号	外添剤種及び添加量
トナー21	着色粒子21	シリカC=1.0%
トナー22	着色粒子22	シリカA=0.8%/チタニアA=0.8%
トナー23	着色粒子23	シリカB=0.8%/チタニアB=0.8%
トナー24	着色粒子24	シリカB=0.8%/チタニアC=0.8%
トナー25	着色粒子25	シリカB=0.8%/チタニアA=0.8%
トナー26	着色粒子26	シリカB=0.9%/チタニアB=0.8%
トナー27	着色粒子27	シリカA=1.2%/チタニアC=0.8%
トナー28	着色粒子28	シリカB=1.1%/チタニアA=0.8%
トナー29	着色粒子29	シリカC=1.0%/チタニアB=0.8%
トナー30	着色粒子30	シリカB=0.8%/チタニアC=0.8%
トナー31	着色粒子31	シリカB=0.8%/チタニアA=0.8%
トナー32	着色粒子32	シリカB=0.8%/チタニアB=0.8%
トナー33	着色粒子33	シリカB=0.8%/チタニアC=0.8%
トナー34	着色粒子34	シリカA=0.8%/チタニアC=0.8%
トナー35	着色粒子35	シリカA=0.8%/チタニアA=0.8%
トナー36	着色粒子36	シリカA=0.8%/チタニアB=0.8%
トナー37	着色粒子37	シリカA=0.8%/チタニアC=0.8%
トナー38	着色粒子38	シリカA=0.8%/チタニアA=0.8%
トナー39	着色粒子39	シリカA=0.8%/チタニアB=0.8%
トナー40	着色粒子40	シリカA=0.8%/チタニアC=0.8%

【0119】*シリカA：数平均一次粒子径=12nm
/ヘキサメチルジシラザン処理/疎水化度=69

*シリカB：数平均一次粒子径=12nm/ジメチルシリコーンオイル処理/疎水化度=68

*シリカC：数平均一次粒子径=10nm/ジクロロジメチルシラン処理/疎水化度=59

*チタニアA：数平均一次粒子径=25nm/オクチルトリメトキシシラン処理/疎水化度=64

*チタニアB：数平均一次粒子径=35nm/ヘキシリトリメトキシシラン処理/疎水化度=68

*チタニアC：数平均一次粒子径=20nm/ステアリン酸亜鉛処理/疎水化度=58

評価（接触現像方式：二成分現像）

トナー1～20の着色粒子に対して、シリコーン樹脂を被覆した体積平均粒径6.0μmのフェライトキャリアと混合してトナー濃度が7%の現像剤を調製した。

【0120】これら調製した現像剤を使用し、コニカ社製デジタル複写機Konica7060を用い実写評価を実施した。条件は下記に示す条件である。感光体としては積層型有機感光体を使用した。

【0121】現像条件

DCバイアス：-500V

Dsd（感光体と現像スリーブ間距離）：600μm

現像剤層規制：磁性H-Cut方式

現像剤層厚：700μm

現像スリーブ径：40mm

又、感光体に残留する未転写トナーは、厚さ3.0mm

のウレタンゴム製ブレードにてクリーニングする方法を採用した。ブレードと感光体との間に形成された角度は45°とした。

【0122】使用する画像支持体としては連量が55kgの普通紙を使用し、横方向に画像を形成した。また、画像形成条件としては高温高湿環境（33°C、85%RH）の環境条件にて上記現像剤を用いて印字評価を実施した。印字は1ドットの画像を2ドット間隔で形成したハーフトーン画像を使用し、連続で印字を行い、総数30万枚の印字を行った。10万枚後の画像に関して画像欠陥の有無を目視にて判定した。判定基準は下記である。

【0123】

ランクA：画像欠陥無し

ランクB：0.5mm径以下の黒ボチがベタ白画像に5個未満存在

ランクC：0.5mm径以下の黒ボチがベタ白画像に5～10個存在

ランクD：0.5mm径以上の黒ボチがベタ白画像に10個を超える個数存在

画質評価は、画像の濃度、カブリ濃度を比較した。画像濃度はマクベス社製RD-918を使用し、絶対反射濃度で比較した。カブリは紙の濃度を「0」とした相対反射濃度で比較した。下記にその結果を示す。

【0124】

【表7】

実施例番号	トナー番号	画像速度		カブリ温度		画像欠陥
		初期	10万枚後	初期	10万枚後	
実施例 1	トナー 1	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 2	トナー 2	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 3	トナー 3	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 4	トナー 4	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 5	トナー 5	1.42	1.39	0.001	0.003	A
実施例 6	トナー 6	1.42	1.38	0.001	0.004	B
実施例 7	トナー 8	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 8	トナー 9	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 9	トナー 10	1.42	1.38	0.001	0.003	A
実施例 10	トナー 11	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 11	トナー 12	1.42	1.39	0.001	0.003	A
実施例 12	トナー 13	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 13	トナー 14	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 14	トナー 15	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 15	トナー 16	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 16	トナー 17	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 17	トナー 18	1.42	1.40	0.001	0.003	A
比較例 1	トナー 7	1.42	1.36	0.001	0.015	C
比較例 2	トナー 19	1.42	1.36	0.001	0.015	C
比較例 3	トナー 20	1.42	1.36	0.001	0.019	C

【0125】なお、実施例9、12、14では反応終了段階で形成されたと推定される大粒径の異物が混在しており、若干機内にトナー飛散が発生した。さらに、比較例1、2、3でも同様の問題が発生した。

【0126】評価（非接触現像方式：磁性一成分現像）前記着色粒子21～40を用いて一成分磁性トナーとこれを現像剤として使用し、コニカ社製デジタル複写機Konica7050を改造し、磁性一成分現像方式に変更して実写評価を実施した。条件は下記に示す条件である。感光体としては積層型有機感光体を使用した。

【0127】帶電器：スコロトロン

帶電圧：感光体帶電電位（初期帶電電位）720V

現像条件

DCバイアス：-500V

ACバイアス：Vpp=1800V、周波数=20kHz

Dsd（感光体と現像スリーブ間距離）：600μm

現像剤層規制：磁性H-Cut方式

現像剤層厚：300μm

現像スリーブ径：40mm（表面に導電性カーボンブラックを分散させたフェノール樹脂被覆有り）

又、感光体に残留する未転写トナーは、厚さ3.0mmのウレタンゴム製ブレードにてクリーニングする方法を採用した。ブレードと感光体との間に形成された角度は

45°とした。

【0128】使用する画像支持体としては連量が55kgの普通紙を使用し、横方向に画像を形成した。また、画像形成条件としては高温高湿環境（33°C、85%RH）の環境条件にて上記現像剤を用いて印字評価を実施した。印字は1ドットの画像を2ドット間隔で形成したハーフトーン画像を使用し、連続で印字を行い、総数10万枚の印字を行った。また、10万枚後の画像に関して画像欠陥の有無を目視にて判定した。判定基準は下記である。

【0129】

ランクA：画像欠陥無し

ランクB：0.5mm径以下の黒ボチがベタ白画像に5個未満存在

ランクC：0.5mm径以下の黒ボチがベタ白画像に5～10個存在

ランクD：0.5mm径以上の黒ボチがベタ白画像に10個を超える個数存在

40 画質評価は、画像の濃度、カブリ濃度を比較した。画像濃度はマクベス社製RD-918を使用し、絶対反射濃度で比較した。カブリは紙の濃度を「0」とした相対反射濃度で比較した。下記にその結果を示す。

【0130】

【表8】

実施例番号	トナー番号	画像濃度		カブリ濃度		画像欠陥
		初期	10万枚後	初期	10万枚後	
実施例18	トナー21	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例19	トナー22	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例20	トナー23	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例21	トナー24	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例22	トナー25	1.42	1.39	0.001	0.003	A
実施例23	トナー26	1.42	1.39	0.001	0.005	B
実施例24	トナー28	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例25	トナー29	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例26	トナー30	1.42	1.38	0.001	0.003	A
実施例27	トナー31	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例28	トナー32	1.42	1.39	0.001	0.002	A
実施例29	トナー33	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例30	トナー34	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例31	トナー35	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例32	トナー36	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例33	トナー37	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例34	トナー38	1.42	1.40	0.001	0.002	A
比較例4	トナー27	1.42	1.36	0.001	0.016	C
比較例5	トナー39	1.42	1.36	0.001	0.017	C
比較例6	トナー40	1.42	1.36	0.001	0.019	C

【0131】なお、実施例23、28、30では反応終了段階で形成されたと推定される大粒径の異物が混在しており、現像スリーブからのトナー搬送が軽微に阻害され、軽い白スジが5万枚以降で見られた。なお、比較例4、5、6でも同様の現象が見られたが、2万枚以降で発生した。

【0132】上記表7及び8の結果から明らかなるとく、二成分現像においても磁性一成分現像においても、本発明内のもののみが優れた特性を示すことがわかる。

【0133】

【発明の効果】本発明により、静電潜像現像用トナーをいわゆる重合法で造る時の問題点をなくし、シャープな粒径分布を持ち、トナー粒子間に性能のバラツキのない極めて均一な特性を持つ静電潜像現像用トナーと、その製造方法及びそれを用いた画像形成方法を提供することができる。これにより長期間の使用においても高画質で画像上でのボチ故障等を生じず、安定した画像が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】従来の攪拌翼を備えた攪拌槽の一例の斜視図。
【図2】本発明の攪拌翼を備えた攪拌槽の一例の斜視図。

【図3】図2の上面断面図。

【図4】攪拌翼の形状の概要図。

【図5】本発明の攪拌翼を備えた攪拌槽の一例の斜視図。

【図6】本発明の攪拌翼を備えた攪拌槽の一例の斜視図。

【図7】本発明の攪拌翼を備えた攪拌槽の一例の斜視図。

【図8】本発明の攪拌翼を備えた攪拌槽の一例の斜視図。

【図9】本発明の攪拌翼を備えた攪拌槽の一例の斜視図。

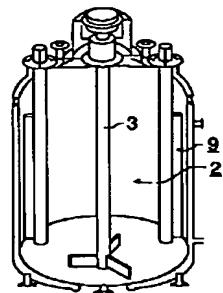
30 【図10】非接触現像装置の一例を示す概略図。
【図11】非接触現像装置の一例を示す概略図。
【図12】非接触現像装置の一例を示す概略図。
【図13】本発明外の攪拌翼を備えた攪拌槽（比較例用）の一例の斜視図。

【符号の説明】

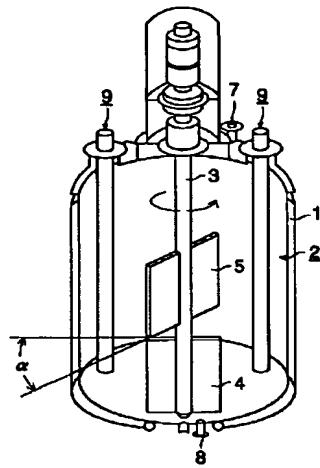
- 熱交換用のジャケット
- 攪拌槽
- 回転軸
- 下段の攪拌翼
- 上段の攪拌翼
- 中孔部
- 11 感光体ドラム
- 14 磁性トナー
- 15 磁石
- 19 電源
- 20 弹性板
- D 現像領域

40

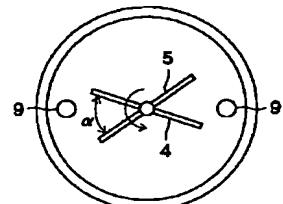
【図1】



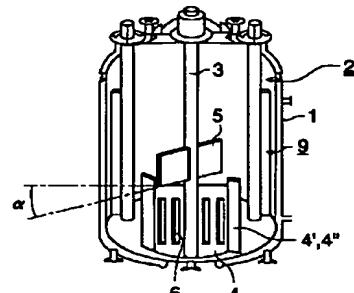
【図2】



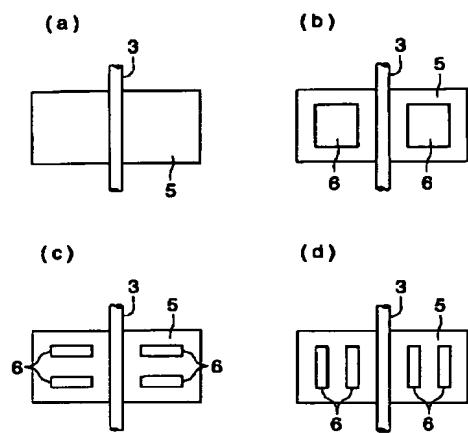
【図3】



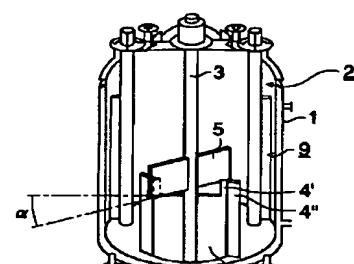
【図5】



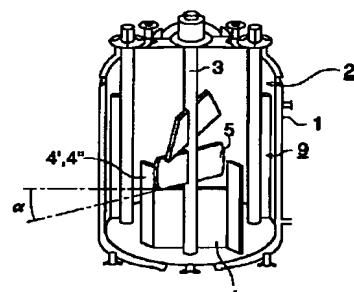
【図4】



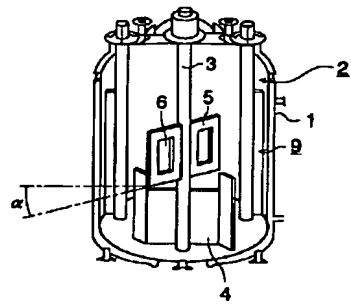
【図6】



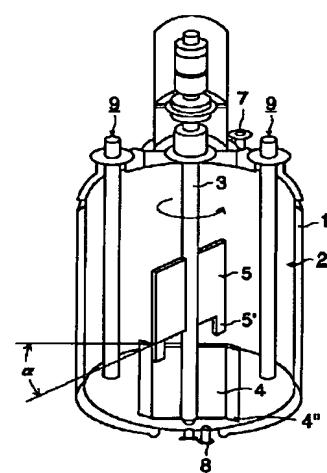
【図7】



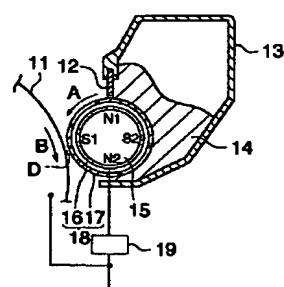
【図8】



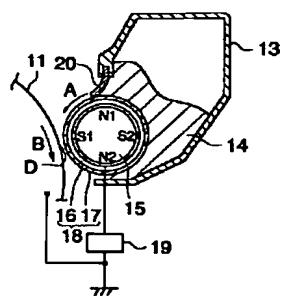
【図9】



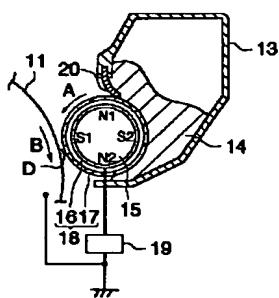
【図10】



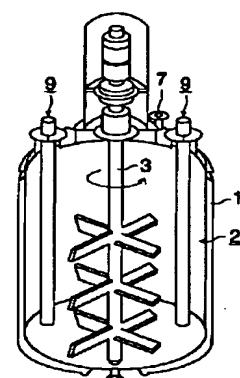
【図11】



【図12】



【図13】



フロントページの続き

Fターム(参考) 2H005 AA15 AB03 AB06 EA05
 2H077 AD06 AD13 AD17 AD23 AD36
 AE04 EA03 EA13 EA16 FA13
 FA25
 4G078 AA02 AB05 BA05 CA08 DA01

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-321821

(43)Date of publication of application : 24.11.2000

(51)Int.Cl.

G03G 9/087

B01F 7/16

G03G 9/08

G03G 15/08

(21)Application number : 11-135606

(71)Applicant : KONICA CORP

(22)Date of filing : 17.05.1999

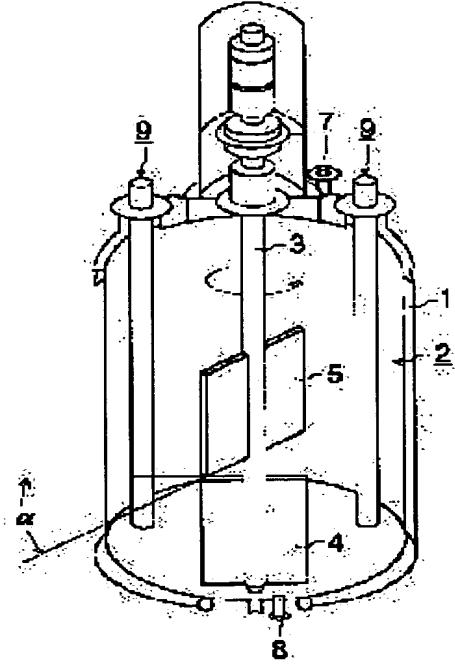
(72)Inventor : YAMAZAKI HIROSHI
SHIRASE AKIZO
KOUNO MASANORI

(54) ELECTROSTATIC LATENT IMAGE DEVELOPING TONER, ITS PRODUCTION AND IMAGE FORMING METHOD USING SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To impart a sharp particle size distribution to a toner produced by polymerization and to impart such uniform characteristics as not to cause unevenness in performance among toner particles.

SOLUTION: Resin particles obtained by polymerizing at least a polymerizable monomer are fused to produce the objective electrostatic latent image developing toner. The polymerizable monomer is polymerized using a stirring vessel 2 with a rotating shaft 3 vertically disposed at the central part of the stirring vessel 2 and plural stirring vanes 5, 4 attached to the rotating shaft 3 in multiple steps in such a way that the upper stirring vane 5 of the vanes vertically adjacent each other precedes the lower stirring vane 4 in the rotating direction at $<90^\circ$ crossed axes angle to the lower stirring vane 4.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] In the manufacture approach of the toner for electrostatic latent-image development to which it comes to carry out welding of the resin particle obtained by carrying out the polymerization of the polymerization nature monomer at least While the process which carries out the polymerization of this polymerization nature monomer, and obtains a resin particle installs a revolving shaft in a stirred tank core and arranges two or more stirring aerofoils in vertical multistage one at this revolving shaft The manufacture approach of the toner for electrostatic latent-image development characterized by performing the stirring aerofoil located in the upper case of the stirring aerofoil which carries out vertical contiguity using the stirred tank equipped with the stirring aerofoil which it comes to arrange in a hand of cut by preceding to the stirring aerofoil located in the lower berth at the crossover include angle of less than 90 degrees.

[Claim 2] In the manufacture approach of the toner for electrostatic latent-image development of having the process to which welding of the resin particle obtained by carrying out the polymerization of the polymerization nature monomer at least is carried out While the process to which welding of this resin particle is carried out installs a revolving shaft in a stirred tank core and arranges two or more stirring aerofoils in vertical multistage one at this revolving shaft The manufacture approach of the toner for electrostatic latent-image development characterized by using the stirred tank equipped with the stirring aerofoil by which the stirring aerofoil located in the upper case of the stirring aerofoil which carries out vertical contiguity was arranged in the hand of cut by preceding at the crossover include angle of less than 90 degrees to the stirring aerofoil located in the lower berth.

[Claim 3] While a resin particle installs a revolving shaft in a stirred tank core and arranges two or more stirring aerofoils in vertical multistage one at this revolving shaft The manufacture approach of the toner for electrostatic latent-image development characterized by being the resin particle to which the stirring aerofoil located in the upper case of the stirring aerofoil which carries out vertical contiguity carried out the polymerization of the monomer at the crossover include angle of less than 90 degrees using the stirred tank equipped with the stirring aerofoil which it comes to arrange in a hand of cut by preceding to the stirring aerofoil located in the lower berth.

[Claim 4] While this resin particle installs a revolving shaft in a stirred tank core and arranges two or more stirring aerofoils in vertical multistage one at this revolving shaft in the toner for electrostatic latent-image development which is made to carry out welding of the resin particle at least, and is obtained The toner for electrostatic latent-image development characterized by obtaining the stirring aerofoil located in the upper case of the stirring aerofoil which carries out vertical contiguity at the crossover include angle of less than 90 degrees using the stirred tank equipped with the stirring aerofoil which it comes to arrange in a hand of cut by preceding to the stirring aerofoil located in the lower berth.

[Claim 5] The toner for electrostatic latent-image development with which the volume mean particle diameter of this toner particle is 3-9 micrometers, and the average of circularity shown by the following formula of this toner is within the limits of 0.85-0.99, and less than 0.85 toner particle is characterized by two-piece being less than several % by circularity in the toner for electrostatic latent-image development according to claim 4.

Circularity = (boundary length of circle for which it asked from projected area diameter) / (boundary length of a particle projection image)

[Claim 6] After developing the electrostatic latent image formed on the latent-image organizer with the developer containing a toner, it is imprinted on an image base material. In the image formation approach established on an image base material in a toner by the fixing member While being the toner to which it comes to carry out welding of the resin particle by which this toner was prepared through the polymerization process at least, and said resin particle's installing a revolving shaft in the core of a stirred tank and arranging two or more stirring aerofoils in vertical multistage one at this revolving shaft The image formation approach characterized by being the resin particle from which the stirring aerofoil located in the upper case of the stirring aerofoil which carries out vertical contiguity carried out the polymerization of the monomer, and was obtained at the crossover include angle of less than 90 degrees using the stirred tank equipped with the stirring aerofoil which it comes to arrange in a hand of cut by preceding to the stirring aerofoil located in the lower berth.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the toner for electrostatic latent-image development used for a copying machine, a printer, etc., its manufacture approach, and the image formation approach using it.

[0002]

[Description of the Prior Art] In recent years, the electrophotography development method is used in various fields. For example, not only a monochrome copying machine but use in fields, such as a printer which is the printing terminal of a computer, and a color copying machine, a color printer, is spreading. And the demand to the quality of the image outputted increasingly is high as these use progresses.

[0003] For improvement in image quality, there are various proposals which diameter[of a granule]-ize a toner and raise the quality of an image, and there is no ***** in listing. For example, the so-called polymerization method toner is known as a technique corresponding to diameter[of a granule]-izing. The manufacturing method of the polymerization method toner to which it makes it come to join the resin particle shown in JP,63-186253,A etc. especially and a color particle is the technique which can indeterminate-form-ize particle shape.

[0004] In the polymerization method toner, in order to prepare a polymerization nature monomer by carrying out a polymerization by a drainage system medium etc., various things it is [things] suitable as an approach of preparing particle size distribution being made into Sharp and the diameter toner of a granule are indicated.

[0005] However, in a polymerization method toner, when a polymerization nature monomer is not distributed by the drainage system medium etc. at homogeneity at the time of a polymerization, there is a problem which big floc generates. If floc will occur, at a back process, a thing unnecessary as a resin particle will be prepared, the sharpness of the particle size distribution which is the advantage of a polymerization method toner will be lost, and the so-called classification process etc. will be needed.

[0006] Although the approach of adding many distributed assistants, such as a surfactant, as an approach of distributing a polymerization nature monomer to a drainage system medium etc. in a polymerization phase at homogeneity is also raised, the process which removes a surfactant in that case is needed, and the load concerning production becomes large. Furthermore the problem on waste water treatment etc. is added, and there is a fault in which the bad influence to natural environment increases.

[0007] Moreover, various toners to which it comes to carry out welding of the resin particle are indicated. The toner prepared by the welding method is a technique which it has that the configuration can be indeterminate-form-ized, the advantage which can make particle size distribution Sharp, and attracts attention. However, in the fusing process, since it is needed to change the surface activity ability of a resin particle and to make it condense by the so-called use of a heating, a salting-out, etc., it is necessary to keep temperature distribution, concentration distribution of a flocculant, etc. constant.

[0008] Thus, the present condition is that the manufacture approach the trouble which should be solved on various manufactures remains and it can be satisfied with a polymerization method toner of the approach practically is not found out.

[0009]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The purpose of this invention is to offer the toner for electrostatic latent-image development which abolishes the above-mentioned trouble when building the toner for electrostatic latent-image development by the so-called polymerization method, has sharp particle size distribution, and has the very uniform property which does not have the variation in the engine performance between toner particles, and the manufacture approach and the image formation approach using it.

[0010]

[Means for Solving the Problem] this invention person etc. found out that the above-mentioned problem was solvable by adopting a certain specific stirring method, as a result of analyzing wholeheartedly temperature distribution in *****, flow of a medium, etc. which are made to carry out the polymerization of the polymerization nature monomer, and form a resin particle in a detail as a result of examination. That is, generating of the big and rough particle of a polymerization nature monomer and adhesion of the so-called scale can be prevented by using the stirring aerofoil of specific structure for stirring at the time of a polymerization, and it comes to complete a header and this invention for the ability of generating of the floc at the time of a polymerization to be controlled.

[0011] Moreover, in the process to which welding of the resin particle (polymer particle) is carried out, it found out that the above-mentioned problem was solvable by adopting a certain specific stirring method by the flow of temperature distribution and a medium finding out affecting it greatly, and analyzing the phenomenon in a detail. That is, it finds out that the property of the particle after welding (coloring particle) can be extremely made into homogeneity by using what has the configuration of a specific stirring aerofoil in the phase of carrying out welding of the resin particle.

[0012] That is, the purpose of this invention is attained by taking any of the following configuration they are.

[0013] [1] In the manufacture approach of the toner for electrostatic latent-image development to which it comes to carry out welding of the resin particle obtained by carrying out the polymerization of the polymerization nature monomer at least While the process which carries out the polymerization of this polymerization nature monomer, and obtains a resin particle installs a revolving shaft in a stirred tank core and arranges two or more stirring aerofoils in vertical multistage one at this revolving shaft The manufacture approach of the toner for electrostatic latent-image development characterized by performing the stirring aerofoil located in the upper case of the

stirring aerofoil which carries out vertical contiguity using the stirred tank equipped with the stirring aerofoil which it comes to arrange in a hand of cut by preceding to the stirring aerofoil located in the lower berth at the crossover include angle of less than 90 degrees. [0014] [2] In the manufacture approach of the toner for electrostatic latent-image development of having the process to which welding of the resin particle obtained by carrying out the polymerization of the polymerization nature monomer at least is carried out While the process to which welding of this resin particle is carried out installs a revolving shaft in a stirred tank core and arranges two or more stirring aerofoils in vertical multistage one at this revolving shaft The manufacture approach of the toner for electrostatic latent-image development characterized by using the stirred tank equipped with the stirring aerofoil by which the stirring aerofoil located in the upper case of the stirring aerofoil which carries out vertical contiguity was arranged in the hand of cut by preceding at the crossover include angle of less than 90 degrees to the stirring aerofoil located in the lower berth.

[0015] [3] While a resin particle installs a revolving shaft in a stirred tank core and arranges two or more stirring aerofoils in vertical multistage one at this revolving shaft The manufacture approach of the toner for electrostatic latent-image development characterized by being the resin particle to which the stirring aerofoil located in the upper case of the stirring aerofoil which carries out vertical contiguity carried out the polymerization of the monomer at the crossover include angle of less than 90 degrees using the stirred tank equipped with the stirring aerofoil which it comes to arrange in a hand of cut by preceding to the stirring aerofoil located in the lower berth.

[0016] [4] While this resin particle installs a revolving shaft in a stirred tank core and arranges two or more stirring aerofoils in vertical multistage one at this revolving shaft in the toner for electrostatic latent-image development which is made to carry out welding of the resin particle at least, and is obtained The toner for electrostatic latent-image development characterized by obtaining the stirring aerofoil located in the upper case of the stirring aerofoil which carries out vertical contiguity at the crossover include angle of less than 90 degrees using the stirred tank equipped with the stirring aerofoil which it comes to arrange in a hand of cut by preceding to the stirring aerofoil located in the lower berth.

[0017] [5] [4] Toner for electrostatic latent-image development with which the volume mean particle diameter of this toner particle is 3-9 micrometers, and the average of circularity shown by the following formula of this toner is within the limits of 0.85-0.99, and less than 0.85 toner particle is characterized by two-piece being less than several % by circularity in the toner for electrostatic latent-image development of a publication.

[0018] Circularity = (boundary length of circle for which it asked from projected area diameter) / (boundary length of a particle projection image)

[6] Imprint it on an image base material after developing the electrostatic latent image formed on the latent-image organizer with the developer containing a toner. In the image formation approach established on an image base material in a toner by the fixing member While being the toner to which it comes to carry out welding of the resin particle by which this toner was prepared through the polymerization process at least, and said resin particle's installing a revolving shaft in the core of a stirred tank and arranging two or more stirring aerofoils in vertical multistage one at this revolving shaft The image formation approach characterized by being the resin particle from which the stirring aerofoil located in the upper case of the stirring aerofoil which carries out vertical contiguity carried out the polymerization of the monomer, and was obtained at the crossover include angle of less than 90 degrees using the stirred tank equipped with the stirring aerofoil which it comes to arrange in a hand of cut by preceding to the stirring aerofoil located in the lower berth.

[0019] this invention persons found out wholeheartedly that distribution of the particle in the phase of carrying out the polymerization of the polymerization nature monomer could be made into homogeneity, and growth of the particle of the diameter of a large drop could be prevented by using a specific stirring aerofoil as a result of examination. If clear as this reason, there is nothing, but when the configuration of the stirring aerofoil of a stirred tank as shown in drawing 1 (JP,7-292002,A: drawing 5) currently generally used conventionally is one step, the flow of the medium formed in a stirred tank turns into only flow which is transmitted to the wall surface to the upper part [lower part / of a stirred tank 2], and moves. Therefore, in the former, forming a turbulent flow in a stirred tank by arranging the turbulent flow formation member 9, and increasing the effectiveness of stirring to it generally, is made. However, when only the flow of this hand of cut is formed, while the flow in the top face of an internal medium worsens, there is stagnation of the flow which met the wall surface, as a result, temperature distribution become an ununiformity, and there is a problem from which a temperature rise arises locally. Moreover, the maldistribution of the radical in a polymerization phase etc. takes place, a polymerization reaction tends to become an ununiformity and generating of the particle of the diameter of a large drop etc. is easy to take place by stagnation of the flow in a wall surface, because coalescence of a polymerization particle etc. occurs.

[0020] this invention persons find out that this problem is solvable by improving the flow of a medium paying attention to the configuration of a stirring aerofoil, as a result of inquiring wholeheartedly.

[0021] The stirred tank equipped with the stirring aerofoil which can be used for this invention is explained using drawing. Drawing 2 is an example of the stirred tank equipped with the stirring aerofoil of this invention. A revolving shaft 3 is installed in the core in the stirred tank 2 of the shape of a vertical mold cylinder which equipped the periphery section of a stirred tank with the jacket 1 for heat exchange, and there are a stirring aerofoil 4 of the lower berth which the base of a stirred tank 2 was made to approach this revolving shaft 3, and was arranged, and a stirring aerofoil 5 arranged more in the upper case. The stirring aerofoil 5 of an upper case is arranged with the crossed axes angle alpha preceded with the hand of cut to the stirring aerofoil 4 located in the lower berth. In this invention, the crossover include angle alpha is under 90 degrees (degree). Although there are 10 degrees or more especially of no minimums of this crossed axes angle what is limited, there should just be preferably about 5 degrees or more. Drawing 3 showed this with the top-face sectional view. In the case of three or more steps, the crossed axes angle alpha should just be less than 90 degrees between the stirring aerofoils which adjoin, respectively.

[0022] By considering as this configuration, a medium is first stirred by the stirring aerofoil currently arranged in the upper case, and the flow to the bottom is formed. Subsequently, that to which the flow to a lower part is separately formed in of the stirring aerofoil arranged in the lower berth, and this stirring aerofoil itself advances by accelerating flow as a whole by it while the flow formed with the stirring aerofoils of an upper case is accelerated further below is presumed. Consequently, while the flow of the medium to the upper part which was transmitted to the wall surface becomes early, there is no stagnation of the oil level in the upper part, and the thing used as the configuration that a medium flows inside from a wall surface smoothly is presumed. What there is no stagnation of the flow of the medium in the oil-level upper part, a radical exists in homogeneity on the whole, and coalesce between resin particles does not generate further, either, but it can also press by this flow temperature distribution and that a difference of configurations, such as

molecular weight between resin particles, occurs since it becomes homogeneity is presumed.

[0023] Moreover, in the phase of carrying out welding of the resin particle, since stagnation of the flow of the medium etc. takes place when the configuration of drawing 1 which is the conventional stirred tank is used, maldistribution of a flocculant, breadth of temperature distribution, etc. which are mentioned later tend to happen, and the welding of a resin particle tends to become an ununiformity, consequently increase of particle distribution of a resin particle and increase of configuration distribution tend to take place.

[0024] In examination of this invention persons, in order to prevent the maldistribution of the flocculant, and the breadth of temperature distribution, as a result of considering various configurations of a stirring aerofoil, it finds out that the configuration of the stirring aerofoil of this invention can solve the problem.

[0025] By considering as this configuration, a medium is first stirred by the stirring aerofoil currently arranged in the upper case, and the flow to the bottom is formed. Subsequently, that to which the flow to a lower part is separately formed in of the stirring aerofoil arranged in the lower berth, and this stirring aerofoil itself advances by accelerating flow as a whole by it while the flow formed with the stirring aerofoils of an upper case is accelerated further below is presumed. Consequently, while the flow of the medium to the upper part which was transmitted to the wall surface becomes early, there is no stagnation of the oil level in the upper part, and the thing used as the configuration that a medium flows inside from a wall surface smoothly is presumed. By this flow, there is no stagnation of the flow of the medium in the oil-level upper part, the maldistribution of a flocculant and the breadth of temperature distribution are also prevented, welding of a resin particle can be advanced to homogeneity, and the configuration and particle size distribution of a toner which were formed can be made into homogeneity.

[0026] In addition, among drawing 2 and 3, in an arrow head, 7 expresses up ingredient input port and 8 expresses lower ingredient input port for a hand of cut. Moreover, 9 is a turbulent flow formation member for confirming stirring.

[0027] Although there is especially no limitation about the configuration of a stirring aerofoil in here, a thing tabular [rectangular], the thing which has notching in a part of aerofoil, the thing which has a part for the inside pore of one or more and the so-called slit in a center section can be used. These examples are indicated to drawing 4 . As for a thing without (a) of six inside pore of a stirring aerofoil, the thing to which (b) has a big inside pore in the center, and (c), a thing with an oblong inside pore and (d) have a longwise inside pore among drawing 4 . Moreover, these may use the same thing, using that from which an inside pore differs in an upper case and the lower berth, and may use what does not have an inside pore in one side.

[0028] Moreover, the example of a desirable configuration of that it can be used as a configuration of this stirring aerofoil is shown in drawing 5 – drawing 9 . A configuration drawing 5 — the edge of a stirring aerofoil — a projection — and — or it bends at the edge and has the section — The configuration which has bending and a projection at the edge while drawing 6 has a slit on the stirring aerofoils of the lower berth, The configuration which drawing 7 bends with projection 4' at the edge of the stirring aerofoil 4 of the lower berth, and has 4" of sections, the configuration which drawing 8 has an opening in the stirring aerofoil of an upper case, and has bending and a projection at the edge of the stirring aerofoil of the lower berth, and drawing 9 show the configuration whose configuration of a stirring aerofoil is three steps, respectively. In addition, the include angle of the bending section in the edge of a stirring aerofoil has desirable about 5–45 degrees.

[0029] The stirring aerofoil with the configuration which has the projection (4' or 5') to these bending section (4" or 5"), the upper part, or the lower part is effective, in order to generate a turbulent flow effectively and to acquire the effectiveness of this invention.

[0030] In addition, although there is especially no gap of the stirring aerofoil of the upper case and the lower berth which have the above-mentioned configuration what is limited, it is desirable to have the gap between stirring aerofoils at least. if clear as this reason, there is nothing, but since the flow of a medium is formed through that gap, stirring effectiveness improves — it thinks. however — as a gap — the oil-level height in a standing condition — receiving — 0.5 – 50% of width of face — it is 1 – 30% of width of face preferably.

[0031] furthermore — although there is especially no magnitude of a stirring aerofoil what is limited — total of the height of all stirring aerofoils — oil-level height [in a standing condition / 50% of] – it is 60% – 95% preferably 100%.

[0032] Although the toner of this invention contains resin (polymer) and a coloring agent at least, a release agent, an electric charge control agent, etc. which are a fixable amelioration agent can also be contained if needed. Furthermore, the external additive which consists of a non-subtlety particle, an organic particle, etc. to the toner particle which uses the above-mentioned resin and a coloring agent as a principal component may be added.

[0033] The toner of this invention is a toner to which it comes to carry out a fixable amelioration agent, an electric charge control agent, a coloring agent, etc. welding of the resin particle which was made to carry out the polymerization of the polymerization nature monomer, and was formed if needed. In this case, the emulsion polymerization of the monomer is carried out in the liquid which added the emulsified liquid of the additive of a required constituent. The approach of manufacturing the polymer particle of a particle, and adding and welding an organic solvent, a flocculant, etc. after that, The approach of mixing with dispersion liquid, such as a release agent required for the configuration of a toner, and a coloring agent, making carry out welding, and preparing, in case welding of the resin particle which was made to carry out the polymerization of the polymerization nature monomer, and was formed is carried out, After carrying out an emulsion polymerization after distributing toner constituents, such as a release agent and a coloring agent, and forming a resin particle into a polymerization nature monomer, the approach of carrying out welding etc. is raised.

[0034] Although there is nothing especially at the thing limited as mentioned above, after the method of manufacturing the toner of this invention makes a particle form by the approach suitably shown in JP,5-265252,A, JP,6-329947,A, and JP,9-15904,A, its approach of heat-treating is desirable. That is, after distributing these using an emulsifier in the method of making the particle which consists of resin, a coloring agent, etc. meet more than plurality, especially underwater, while adding and carrying out the salting-out of the flocculant more than critical condensation concentration, the toner of this invention can be formed by carrying out heating welding above the glass transition point temperature of the formed polymer itself, and carrying out stoving of the particle in the state of a flow with a moisture state. In addition, in here, the organic solvent which carries out the infinity dissolution to water may be added to a flocculant and coincidence.

[0035] What is specifically used as a polymerization nature monomer which constitutes resin Styrene, o-methyl styrene, m-methyl styrene, p-methyl styrene, Alpha methyl styrene, p-chloro styrene, 3, 4-dichloro styrene, p-phenyl styrene, p-ethyl styrene, 2, 4-dimethyl styrene, p-t-butyl styrene, p-n-hexyl styrene, p-n-octyl styrene, The styrene or the styrene derivative like p-n-nonyl styrene, p-n-DESHIRU styrene, and p-n-dodecyl styrene, A methyl methacrylate, ethyl methacrylate, n-butyl methacrylate,

Methacrylic-acid isopropyl, methacrylic-acid isobutyl, t-butyl methacrylate, N-octyl methacrylate, 2-ethylhexyl methacrylate, stearyl methacrylate, Methacrylic-acid lauryl, methacrylic-acid phenyl, diethylaminoethyl methacrylate, Methacrylic ester derivatives, such as dimethylaminoethyl methacrylate, A methyl acrylate, an ethyl acrylate, acrylic-acid isopropyl, acrylic-acid n-butyl, Acrylic-acid t-butyl, isobutyl acrylate, acrylic-acid n-octyl, 2-ethylhexyl acrylate, acrylic-acid stearyl, acrylic-acid lauryl, Acrylic ester derivatives, such as acrylic-acid phenyl, ethylene, a propylene, Olefins, such as an isobutylene, a vinyl chloride, a vinylidene chloride, vinyl bromide, Halogen system vinyl, such as vinyl fluoride and vinylidene fluoride, propionic-acid vinyl, Vinyl ester, such as vinyl acetate and BENZOE acid vinyl, vinyl methyl ether, Vinyl ether, such as vinyl ethyl ether, a vinyl methyl ketone, Vinyl ketones, such as a vinyl ethyl ketone and a vinyl hexyl ketone, N-vinylcarbazole, There are an acrylic acid or methacrylic-acid derivatives, such as vinyl compounds, such as N-vinyl compounds, such as N-vinyl indole and N-vinyl pyrrolidone, vinyl naphthalene, and vinylpyridine, acrylonitrile, a methacrylonitrile, and acrylamide. these vinyl system monomer is independent — or it can be combined and used.

[0036] Moreover, it is still more desirable to use combining what has an ionicity dissociable group as a polymerization nature monomer which constitutes resin. For example, it has substituents, such as a carboxyl group, a sulfonic acid group, and a phosphoric-acid radical, as a configuration radical of a monomer, and, specifically, an acrylic acid, a methacrylic acid, a maleic acid, an itaconic acid, a cinnamic acid, boletic acid, maleic-acid monoalkyl ester, itaconic-acid monoalkyl ester, styrene sulfonic acid, an allyl compound sulfo succinic acid, 2-acrylamide-isobutane sulfonic acid, acid phosphoxyethyl metacrylate, 3-chloro-2-acid phoosphoxy propylmetacrylate, etc. are raised.

[0037] Furthermore, it can also consider as the resin of the structure of cross linkage using polyfunctional vinyl, such as a divinylbenzene, ethylene glycol dimethacrylate, ethylene glycol diacrylate, diethylene-glycol dimethacrylate, diethylene glycol diacrylate, triethylene glycol dimethacrylate, triethylene glycol diacrylate, neopentyl glycol dimethacrylate, and neopentyl glycol diacrylate.

[0038] The polymerization of these polymerization nature monomer can be carried out using a radical polymerization initiator. In this case, as an oil solubility polymerization initiator, azo-isobutyro-dinitrile, lauryl peroxide, benzoyl peroxide, etc. can be used, and persulfate, such as potassium persulfate and ammonium persulfate, azobis AMINOJI propane acetate, an azobis cyano valeric acid and its salt, a hydrogen peroxide, etc. can be mentioned as a water-soluble radical polymerization initiator.

[0039] As resin which was excellent in this invention, that whose glass transition point is 20-90 degrees C is desirable, and that whose softening temperature is 80-220 degrees C desirable. A glass transition point is measured by the differential calorimetric analysis approach, and softening temperature can be measured with a quantity-sized type flow tester. Furthermore, the thing of 2000-1 million has the molecular weight desirable at 1000-100000, and weight average molecular weight (Mw) measured by gel permeation chromatography as these resin in number average molecular weight (Mn). Furthermore, the thing of 1.5-100, especially 1.8-70 has desirable Mw/Mn as molecular weight distribution.

[0040] Although there is nothing what is limited especially as a flocculant used in a welding phase, what is chosen from a metal salt is used suitably. The salt of trivalent metals, such as a salt of the metal of bivalence, such as a metal salt of alkaline earths, such as calcium and magnesium, manganese, and copper, iron, and aluminum, etc. is raised as the salt of alkali metal, such as sodium, a potassium, and a lithium, and a metal of bivalence as a metal of monovalence, and, specifically, a sodium chloride, potassium chloride, a lithium chloride, a calcium chloride, a zinc chloride, a copper sulfate, magnesium sulfate, a manganese sulfate, etc. can be mentioned as a concrete salt. These may combine and use it.

[0041] As for these flocculants, adding more than critical condensation concentration is desirable. This critical condensation concentration is an index about the stability of an aquosity distribution object, and shows the concentration which adds a flocculant and condensation generates. This critical condensation concentration changes with the components and the dispersants itself which was emulsified a lot. For example, it is described by work "the volume for polymer-chemistry 17,601 (1960) Japan Society of Polymer Science, Japan" besides Seizo Okamura etc., and can ask for detailed critical condensation concentration. Moreover, concentration ***** addition of the salt of the request to the particle dispersion liquid made into the purpose can be carried out as another technique, zeta (zero-energy thermonucleus apparatus) potential of those dispersion liquid can be measured, and it can also ask for the salt concentration from which this value changes as critical condensation concentration.

[0042] Although the addition of the flocculant of this invention should just be more than critical condensation concentration, it is preferably good for critical condensation concentration to add 1.5 or more times still more preferably 1.2 or more times.

[0043] The solvent which carries out the infinity dissolution to the solvent which carries out the infinity dissolution, i.e., water, is shown, and that in which the resin with which this solvent was formed in this invention is not dissolved is chosen. Specifically, ether, such as nitril, such as alcohols, such as a methanol, ethanol, propanol, isopropanol, t-butanol, methoxy ethanol, and butoxy ethanol, and an acetonitrile, and dioxane, can be raised. Especially, ethanol, propanol, and isopropyl alcohol are desirable.

[0044] The addition of this solvent that carries out the infinity dissolution has desirable 1 - 300 volume % to the polymer content dispersion liquid which added the flocculant.

[0045] As a coloring agent used for the toner of this invention, carbon black, the magnetic substance, a color, a pigment, etc. can be used for arbitration, and channel black, furnace black, acetylene black, thermal-black lamp black, etc. are used as carbon black. The alloy of the class called Heusler alloys, such as the alloy in which ferromagnetism is shown, for example, manganese-copper-aluminum, and manganese-copper-tin, a chromium dioxide, etc. can be used by heat-treating, although the compound of ferromagnetic metals, such as an alloy which contains ferromagnetic metals, such as iron, nickel, and cobalt, and these metals as the magnetic substance, a ferrite, and magnetite, and a ferromagnetic metal are not included.

[0046] As a color the ** G.I. solvent tread 1 — said — 49 — said — 52 — said — 58 — said — 63 — said — 111 — said — 122 and the C.I. solvent yellow 19 — said — 44 — said — 77 — said — 79 — said — 81 — said — 82 — said — 93 — said — 98 — said — 103 — said — 104 — said — 112 — said — 162 and the C.I. solvent blue 25 — said — 36 — said — 60 — said — 70 — said — 93 and these 95 grades can be used and such mixture can also be used. As a pigment The ** C.I. pigment red 5, said 48 : 1, said 53 : 1, said 57 : 1 — said — 122 — said — 139 — said — 144 — said — 149 — said — 166 — said — 177 — said — 178 — said — 222 and C.I. pigment Orange 31 — said — 43 and the C.I. pigment yellow 14 — said — 17 — said — 93 — said — 94 — said — 138 and C.I. pigment Green 7 — C. I. pigment blue 15:3 and these 60 grades can be used, and such mixture can also be used. Although the diameter of a number average primary particle is various by the class, about 10-200nm is desirable in general.

[0047] The approach of adding in the phase of making the polymer particle prepared by the emulsion-polymerization method condensing by adding a flocculant as the addition approach of a coloring agent, and coloring a polymer, the approach of adding and carrying out the polymerization of the coloring agent in the phase of carrying out the polymerization of the monomer, and making it into

a coloring particle, etc. can be used. In addition, when adding in the phase of preparing a polymer, the thing of a coloring agent which do not check radical polymerization nature and for which a front face is processed and used by a coupling agent etc. like is desirable.

[0048] Furthermore, low molecular weight polypropylene (number average molecular weight = 1500-9000), low molecular weight polyethylene, etc. as a fixable amelioration agent may be added.

[0049] Moreover, an azo system metal complex, quaternary ammonium salt, etc. may be used as an electric charge control agent.

[0050] Moreover, with the toner of this invention, effectiveness can be demonstrated more by adding and using particles, such as a non-subtlety particle and an organic particle, as an external additive. As this reason, like, since [which was shown in the above-mentioned] flasking of an external additive and desorption can be controlled effectively, that effectiveness is presumed to be what comes out notably.

[0051] As this non-subtlety particle, use of inorganic oxide particles, such as a silica, a titania, and an alumina, is desirable, and, as for these inorganic particle, it is still more desirable that hydrophobing processing is carried out by the silane coupling agent, the titanium coupling agent, etc. Although there is nothing what is limited especially as extent of hydrophobing processing, the thing of 40-95 is desirable as a methanol WETTA kinky thread tee. A methanol WETTA kinky thread tee evaluates the wettability to a methanol. This approach carries out 0.2g weighing capacity of the non-subtlety particle of the measuring object to 50ml of distilled water put in into the beaker of 250ml of inner capacity, and adds. It is slowly dropped until the whole non-subtlety particle gets wet, after the tip has stirred the methanol slowly from the buret by which the dipping is carried out into the liquid. Whenever [hydrophobing] is computed by the following formula when the amount of a methanol required in order to wet this non-subtlety particle completely is set to a (ml).

[0052] whenever [hydrophobing] -- = $a/(a+50) \times 100$ -- as an addition of this external additive, it is 0.5 - 4.0 % of the weight preferably 0.1 to 5.0% of the weight in a toner. Moreover, as an external additive, you may use it combining various things.

[0053] The particle size of the toner of this invention has a 3-9-micrometer desirable thing at volume mean particle diameter, as mentioned above. This particle size is controllable by the presentation of the polymer itself to the concentration of a flocculant, the addition of an organic solvent, and a pan. Moreover, the volume mean particle diameter of a toner particle (coloring particle) can be measured comparatively easily by Coulter counter TA-II or the coal tar multi-sizer in actual measurement.

[0054] Although the case where a nonmagnetic toner is used independently etc. can be considered and all can be suitably used when mixing the toner of this invention with the so-called carrier when making the magnetic substance contain and using it as a 1 component magnetism toner, and using it as a two component developer, it is more desirable to use it as a two component developer used mixing with a carrier in this invention.

[0055] Any of the non-covering carrier which consists of only magnetic material particles, such as iron and a ferrite, as a carrier which constitutes a two component developer, or the resin covering carrier which covered the magnetic material particle front face with resin etc. may be used. The mean particle diameter of this carrier has desirable 30-150 micrometers at volume mean particle diameter. Moreover, although there is nothing what is limited especially as resin for covering, styrene-acrylic resin and silicone resin can be mentioned, for example.

[0056] The shape factor of the toner of this invention takes the photograph which expanded the toner particle by 500 times with the scanning electron microscope, and, subsequently analyzes a photograph using "SCANNING IMAGE ANALYSER" (JEOL Co., Ltd. make) based on this photograph.

[0057] In this invention, a shape factor can be defined as the following circularity.

[0058] Circularity = (boundary length of circle for which it asked from projected area diameter) / (boundary length of a particle projection image)

In this invention, the average of the circularity of a toner is within the limits of 0.85-0.99, and circularity can expect a good result especially, when less than 0.85 toner particle is less than several 2%.

[0059] Since a configuration is conglobated when grinding may occur for the stress by stirring inside a development counter etc., adhesion in a carrier or a development counter may occur, and endurance may fall and circularity exceeds 0.99, since a configuration is indeterminate-form-ized as circularity is less than 0.85, cleaning nature may fall.

[0060] On the other hand, circularity will be easy to be ground if several 2% or more of less than 0.85 toners exists, and the fall of endurance may be caused.

[0061] Furthermore, it is desirable that the standard deviation of number criteria is 0.05 or less. Since distribution of a configuration is expanded when standard deviation exceeds 0.05, distribution is produced to development nature, selection development takes place, and development over a long period of time cannot be stabilized. It is possible that the so-called change of fogging and image concentration occurs.

[0062] Moreover, the particle size of a toner has that desirable whose volume mean particle diameter measured by the coal tar multi-sizer is 3-9 micrometers.

[0063] Especially in order to obtain the configuration of this invention, in case the particle prepared by the polymerization method is dried, the configuration of this invention can be better attained by adopting the approach of carrying out stoving of the particle in an air current.

[0064] Although there is nothing if this reason is clear, form status change-ization occurs by carrying out stoving in an air current, after moisture has existed superfluously, and the part swollen with moisture in the microscopic small field being heated, and that from which the configuration becomes homogeneity as a result is presumed. When performing this heating, it is desirable to perform heat-treatment among an air current in a decreasing drying phase.

[0065] In this case, it is more desirable that water exists 10% of the weight or more to a polymer particle (resin particle). Also in order not to become the high temperature which may produce problems, like change takes place to that a configuration will conglobate if the particle itself becomes high temperature, and a surface presentation, and the particle itself softens in order to perform heating in an air current as this reason, it is desirable to use what contains moisture 10% of the weight or more. It is not necessary to carry out by the temperature which the particle itself softens, and, thereby, the conglobation of a configuration itself is not promoted by this approach.

[0066] In addition, although there is nothing what is limited especially as an upper limit of a moisture content, it is 50 % of the weight. When water exists mostly from the amount of this amount, transfer of heat may be insufficient and it may become difficult to equalize a configuration.

[0067] As an example of the air-current dryer which can be preferably used by this invention, there are the so-called spray dry equipment, an oscillating fluidized-bed-drying machine, a high-speed fluidized-drying machine, a flash plate jet dryer, etc. In this case,

as temperature of an air current, 30–200 degrees C is good.

[0068] It is not limited especially as a development method which can use the toner of this invention. It can be used suitable for a contact development method or a non-contact development method. Since especially the toner of this invention has high electrification standup nature, it is useful to the non-contact development approach, a 1 component development method, etc. That is, by the non-contact development approach, change of very small electrification acts on the development itself greatly from change of development electric field being large. However, since electrification standup nature is good, the toner of this invention has little change of electrification, and since it can secure the stable amount of electrifications, it can form the image stabilized also by the non-contact development approach over a long period of time. Furthermore, in order that there may be no members, such as a carrier which performs electrification grant to a toner by the 1 component development method, it is desired for an electrification standup to be early as the toner itself, and the toner of this invention is useful from the electrification standup being early.

[0069] As for especially the thickness of a developer that has the toner of this invention, as development of a contact method, it is desirable in a development field that it is 0.4–5mm 0.1–8mm. Moreover, as for especially the gap of a photo conductor and developer support, it is desirable that it is 0.2–4mm 0.1–7mm.

[0070] Moreover, since the developer layer and photo conductor which were formed on developer support do not contact as a non-contact system development method and this development method is constituted, as for a developer layer, being formed by the thin layer is desirable. This approach makes a 20–500-micrometer developer layer form in the development field of a developer support front face, and has the gap where the gap of a photo conductor and developer support is larger than this developer layer. This thin layer formation is formed in the magnetic blade which uses the magnetic force, or a developer support front face by the method which presses a developer layer regulation rod. Furthermore, there is also the approach of contacting an urethane blade, a phosphor bronze plate, etc. on a developer support front face, and regulating a developer layer. As thrust of press specification-part material, one to 15 gf/mm is suitable. Since the stress to a developer becomes large [conveyance tends to become unstable, and] when thrust is large on the other hand since restraining force is insufficient when thrust is small, the endurance of a developer tends to fall. The desirable range is three to 10 gf/mm. The gap on developer support and the front face of a photo conductor needs to be larger than a developer layer. Furthermore, when adding development bias on the occasion of development, the method which gives only a dc component may be used and any of a method which impress AC bias are sufficient.

[0071] That whose diameter is 10–40mm as magnitude of developer support is suitable. When a diameter is small, mixing of a developer runs short, it becomes difficult to secure sufficient mixing to perform sufficient electrification grant to a toner, when a diameter is large, the centrifugal force over a developer becomes large, and it is easy to generate the problem of scattering of a toner.

[0072] Hereafter, an example of a non-contact development method is explained using drawing 10–12.

[0073] It consists of sleeves which have arranged the magnet fixed to the interior as developer support, and when the sleeve rotates, a developer (toner) is conveyed to a development field. As the quality of the material, stainless steel and aluminum are desirable. As a desirable example, what covered the phenol resin which distributed conductive carbon can be especially raised to an aluminum sleeve front face.

[0074] Developer layer specification-part material is for regulating a toner layer to homogeneity on developer support, and can hold the method which contacts developer support in the member which has rubber elasticity, such as a method which constitutes a fixed gap and regulates a toner layer between developer support, or urethane, the method which contacts developer support in the metal plate which has the elasticity of a phosphor bronze plate etc. further using the tabular thing which has magnetism, or a nonmagnetic tabular thing.

[0075] As for a developer layer, being conveyed by developer support by the film is more desirable than the gap (a) of developer support and the photo conductor which is electrostatic latent-image support. The desirable range of a gap (a) is 100–500 micrometers, and it is desirable for a developer layer to be conveyed more thinly than this gap, and to be conveyed in general in a 50–300-micrometer layer.

[0076] Furthermore, it is desirable to impress an alternating electric field between this developer support and photo conductor. A toner can be made to fly effectively by impressing this alternating electric field. The alternating current frequency f is 200–4,000Hz, and, as for the conditions of this alternating electric field, it is desirable that alternating voltage Vpp is 500–3,000V. To use this alternating electric field, it is required to have electrification nature and magnetism uniform as a toner. That is, when it has distribution to magnetism or electrification nature between toners, the pull back effectiveness, such as a weak electrification nature toner by the alternating electric field, is offset, and the effectiveness of improving image quality as a result falls. Image quality can be further improved with the homogeneity and the magnetic homogeneity of the configuration which the toner formed by carrying out welding in a drainage system medium like this invention has.

[0077] Hereafter, the developer of the image formation approach of this invention is explained concretely.

[0078] Drawing 10 is the configuration sectional view of the developer concerning this invention.

[0079] In drawing 10, the image support 11 which supports the electrostatic latent image formed of the well-known process, for example, an electrophotography photo conductor drum, rotates in the direction of arrow-head B. The development sleeve 18 as developer support conveys the magnetic toner 14 to the development field D to which the development sleeve 18 and the photo conductor drum 11 countered by supporting the magnetic toner 14 as a magnetic 1 component developer supplied with the hopper 13, and rotating in the direction of arrow-head A. In the development sleeve 18, in order to attract and hold the magnetic toner 14 magnetically on the development sleeve 18, the magnet 15 is arranged. By friction with the development sleeve 18, the magnetic toner 14 obtains the frictional electrification charge in which development of the electrostatic latent image on the photo conductor drum 11 is possible.

[0080] In order to regulate the thickness of the magnetic toner 14 conveyed to the development field D, the magnetic blade 12 which consists of a ferromagnetic metal has hung from the hopper 13 so that it may have gap width of face of 100–500 micrometers from the front face of the development sleeve 18 and the development sleeve 18 may be attended. magnetic pole N of a magnet 15 from — when line of magnetic force focuses on the magnetic blade 12, the thin layer of the magnetic toner 14 is formed on the development sleeve 18. A nonmagnetic blade can also be used as a magnetic blade 12.

[0081] As for the thickness of the thin layer of the magnetic toner 14 formed on the development sleeve 18, in the development field D, it is desirable that it is still thinner than the least interval between the development sleeve 18 and the photo conductor drum 11. Especially this invention is effective in the developer of the method which develops an electrostatic latent image by such toner thin

layer, i.e., a non-contact development mold developer. However, in a development field, this invention is applicable to the developer whose thickness of a toner layer is the thickness more than the least interval between the development sleeve 18 and the photo conductor drum 11, i.e., a contact development mold developer.

[0082] In order to avoid **** of explanation, in the following explanation, a non-contact development mold developer is taken for an example, and is performed.

[0083] In order to make the magnetic toner 14 fly towards the photo conductor drum 11 from the toner layer of the magnetic toner 14 which is the magnetic 1 component developer supported by this, development bias voltage is impressed to the above-mentioned development sleeve 18 according to a power source 19. When using direct current voltage as this development bias voltage, it is desirable that the electrical potential difference of the value between the potential of the electrostatic latent-image image section (field visualized by the magnetic toner 14 adhering) and the potential of a background is impressed to the development sleeve 18. On the other hand, in order to raise the concentration of a development image or to improve gradation nature, alternation bias voltage may be impressed to the development sleeve 18, and the oscillating electric field which the sense reverses by turns may be formed in the development field D. In this case, it is desirable to impress the alternation bias voltage superimposed on the direct-current-voltage component which has a value between the potential of the above-mentioned image section and the potential of a background to the development sleeve 18.

[0084] Moreover, in the so-called normal development which a toner is made to adhere to the high potential section of an electrostatic latent image which has the high potential section and the low voltage section, and is visualized, the toner charged in the polarity of an electrostatic latent image and reversed polarity is used, and a toner uses the toner charged to the polarity of an electrostatic latent image, and like-pole nature in the so-called reversal development which a toner is made to adhere to the low voltage section of an electrostatic latent image, and is visualized on the other hand. In addition, high potential and low voltage are the expressions by the absolute value. Anyway, the magnetic toner 14 is charged in the polarity for developing an electrostatic latent image by friction with the development sleeve 18.

[0085] The configuration sectional view and drawing 12 which show other examples of the developer concerning this invention in drawing 11 are the configuration sectional view showing the example of further others of the developer concerning this invention.

[0086] In the developer of drawing 11 and drawing 12, as a member which regulates the thickness of the magnetic toner 14 on the development sleeve 18 The ingredient which has the rubber elasticity of polyurethane rubber, silicone rubber, etc., or phosphor bronze, The elastic plates 20, such as an ingredient which has metal elasticity, such as stainless steel, are used. It is the description to carry out the pressure welding of this elastic plate 20 to the development sleeve 18 with the posture of a hand of cut and hard flow with the developer of drawing 11, and to carry out a pressure welding to the development sleeve 18 with the posture of a hand of cut and this direction in the developer of drawing 12. In such a developer, a still thinner toner layer can be formed on the development sleeve 18. The same sign as the developer which showed the configuration of others of the developer of drawing 11 and drawing 12 to drawing 5, and the sign given [in / it is fundamentally the same and / drawing 11 and drawing 12] to drawing 10 shows the same member.

[0087] drawing 11 which forms a toner layer on the development sleeve 18 as mentioned above, and a developer as shown in drawing 12 fit what uses the magnetic 1 component developer which uses a magnetic toner as a principal component. In order to rub a toner on the development sleeve 18 with an elastic plate 20 in any case, the amount of frictional electrifications of a toner also increases and improvement in image concentration is achieved. Therefore, it is suitable for coping with the lack of the amount of electrifications of the toner under the nature environment of high.

[0088] Now, the aforementioned development sleeve 18 has come to form the resin coat layer 17 which contained conductive particles, such as graphite, and was distributed at least on the front face in which the detailed irregularity of the sleeve base 16 was prepared, i.e., a split face. Frictional electrification of the magnetic toner 14 is carried out to the polarity for developing a latent image by this resin coat layer 17. Particles, such as graphite made to contain, are exposed to the front face of the resin coat layer 17. Since conductive particles, such as graphite, make a part for the excess of electrification of the magnetic toner 14 leak and it has the outstanding solid-state lubricity, it is useful to reducing the adhesion force to the development sleeve 18 of a fines toner.

[0089] After imprinting a toner image to imprint material, the toner which remained on the photo conductor is removed by cleaning, and a photo conductor is repeatedly used for the following process.

[0090] It is not limited, especially concerning the device cleaned in this invention, but well-known cleaning devices, such as a blade cleaning method, a magnetic brush cleaning method, and a fur brush cleaning method, can be used for arbitration. As these cleaning device, a suitable thing is the blade cleaning method which used the so-called cleaning blade.

[0091] As for the suitable fixing approach used for this invention, a hot calender roll fixing method is held.

[0092] In many cases, by this fixing method, it is formed in the interior of the metal cylinder which consists of iron which covered tetrafluoroethylene and polytetrafluoroethylene-perfluoro alkoxy vinyl ether copolymers on the front face, aluminum, etc. from the upper roller which has a heat source, and the lower roller formed with silicone rubber etc. It is the example of representation which has a linear heater and heats the skin temperature of an upper roller at about 120~200 degrees C as a heat source. In the fixing section, between an upper roller and a lower roller, apply a pressure, a lower roller is made to deform and the so-called nip is formed. As nip width of face, it is 1.5~7mm preferably 1~10mm. Fixing linear velocity has desirable 40~400 mm/sec. When nip is narrow, it becomes impossible to give heat at a toner to homogeneity, and the nonuniformity of fixing is generated. On the other hand, when nip width of face is wide, melting of resin is promoted, and the problem from which fixing offset becomes excessive is generated.

[0093] You may use it, giving the device of fixing cleaning. The approach of cleaning the method which supplies silicone oil to the upper roller or film of fixing as this method, and silicone oil by the pad which sank in, the roller, Webb, etc. can be used.

[0094]

[Example] Next, although an example explains the mode of this invention further, this invention is not limited to this.

[0095] (Example 1 of a coloring particle manufacturing method) 0.90kg of n-sodium dodecyl sulfate and 10.0l. of pure water are put in, and the stirring dissolution is carried out. After adding gradually 330R(carbon black by Cabot Corp.) 1.20kg of legal one and stirring it with 1 sufficient hour in this solution, the Sand grinder (medium mold disperser) was used and continuation distribution was carried out for 20 hours. Let this thing be "coloring agent dispersion liquid 1." Moreover, let the solution which consists of 0.055kg of sodium dodecylbenzenesulfonate, and 4.0l. of ion exchange water be "the anionic surface active agent solution A."

[0096] Let the solution which consists of 0.014kg of Nonion system surfactants, and 4.0l. of ion exchange water be "the nonionic surface active agent solution B." Let the solution which dissolved 223.8g of potassium persulfate in 12.0l. of ion exchange water be

"the initiator solution C."

[0097] WAX emulsion (polypropylene emulsion of number average molecular weight 3000: diameter = of number average primary particle 120nm / solid content concentration = 29.9%) 3.41kg, the "anionic surface active agent solution A" whole quantity, and the "nonionic surface active agent solution B" whole quantity are put into 100L GL (glass lining) reaction vessel which attached a thermo sensor, a cooling pipe, and nitrogen installation equipment, and stirring is started. as the configuration of a stirring aerofoil, the include angle of a stirring aerofoil, and the whole magnitude were shown in Table 1, it carried out by changing into versatility. Subsequently, 44.0L of ion exchange water is added.

[0098] The "initiator solution C" whole quantity was dropped and added in the place where heating was started at and whenever [solution temperature] became 75 degrees C. Then, controlling whenever [solution temperature] at 75 degrees C **1 degree C, while styrene 12.1kg, acrylic-acid n-butyl 2.88kg, and 1.04kg of methacrylic acids and t-dodecyl mercaptan 548g are dropped, it supplies. After dropping termination, whenever [solution temperature] was raised to 80 degrees C **1 degree C, and heating stirring was performed for 6 hours. Subsequently, whenever [solution temperature] is cooled at 40 degrees C or less, stirring is stopped, it filters with a pole filter, and this is set to "latex **-A."

[0099] In addition, for the glass transition temperature of the resin particle in latex **-A, 57 degrees C and softening temperature were [weight-average-molecular-weight = 12,700 and the weighted mean particle size of 121 degrees C and molecular weight distribution] 120nm.

[0100] Moreover, let the solution which dissolved 0.055kg of sodium dodecylbenzenesulfonate in 4.0L of ion-exchange pure water be "the anionic surface active agent solution D." Moreover, let the solution which dissolved 0.014kg of the Nonion system surfactants in 4.0L of ion exchange water be "the nonionic surface active agent solution E."

[0101] Let the solution which dissolved 200.7g (the Kanto chemistry company make) of potassium persulfate in 12.0L of ion exchange water be "the initiator solution F."

[0102] WAX emulsion (polypropylene emulsion of number average molecular weight 3000: diameter = of number average primary particle 120nm / solid content concentration 29.9%) 3.41kg, the "anionic surface active agent solution D" whole quantity, and the "nonionic surface active agent solution E" whole quantity are put into 100L GL reaction vessel (the detail of the configuration of a stirring aerofoil is referring to Table 1) which attached a thermo sensor, a cooling pipe, nitrogen installation equipment, and the Kushigata baffle, and stirring is started. Subsequently, 44.0L of ion exchange water is thrown in. Heating is started and "the initiator solution F" is added in the place where whenever [solution temperature] became 70 degrees C. Subsequently, the solution which mixed beforehand styrene 11.0kg, acrylic-acid n-butyl 4.00kg, and 1.04kg of methacrylic acids and t-dodecyl mercaptan 9.02g is dropped. Whenever [solution temperature] was controlled at 72 degrees C **2 degrees C after dropping termination, and heating stirring was performed for 6 hours. Furthermore, whenever [solution temperature] was raised to 80 degrees C **2 degrees C, and heating stirring was performed for 12 hours. Whenever [solution temperature] is cooled at 40 degrees C or less, and stirring is stopped. It filtered with the pole filter and this filtrate was set to "latex **-B."

[0103] In addition, for the glass transition temperature of the resin particle in latex **-B, 58 degrees C and softening temperature were [weight-average-molecular-weight = 245,000 and the weighted mean particle size of 132 degrees C and molecular weight distribution] 110nm.

[0104] Let the solution which dissolved 5.36kg of sodium chlorides as a salting-out agent in 20.0L of ion exchange water be "the sodium chloride solution G."

[0105] Let the solution which dissolved 1.00g of fluorine system nonionic surface active agents in 1.00L of ion exchange water be "the nonionic surface active agent solution H."

[0106] Latex **-A=20.0kg, latex **-B=5.2kg and 1= 0.4kg of coloring agent dispersion liquid produced above, and 20.0kg of ion exchange water are put in and stirred to a thermo sensor, a cooling pipe, nitrogen installation equipment, and a 100L SUS reaction vessel (the configuration of a stirring aerofoil is shown in an attached table). Subsequently, it warms at 40 degrees C and sodium chloride solution G and isopropanol (Kanto chemistry company make) 6.00kg and the nonionic surface active agent solution H are added in this order. Then, after leaving it for 10 minutes, a temperature up is started, and a temperature up is carried out in 60 minutes to 85 degrees C whenever [solution temperature]. At 85 degrees C **2 degrees C, heating stirring is carried out for 6 hours, and it costs whenever [solution temperature] a salting-out/welding. Then, it cools at 40 degrees C or less, and stirring is stopped. It filters with the sieve of 45 micrometers of openings, and this filtrate is made into meeting liquid **. Subsequently, the wet cake-like non-globular form-like particle was separated from meeting liquid ** using the nutsche. Then, ion exchange water washed.

[0107] This non-globular form-like particle was dried with the intake-air temperature of 60 degrees C using the flash plate jet dryer, and, subsequently it was made to dry at the temperature of 60 degrees C using a fluidized-bed-drying machine.

[0108] The coloring particles 1-20 which are carried out and are described in Table 1 were obtained like the above.

[0109]

[Table 1]

(製造法例 1)

着色粒子番号	交差角度 α	搅拌翼構成	上下段の間隙	搅拌翼の高さ
着色粒子 1	5°	図5	1%	90%
着色粒子 2	15°	図5	1%	90%
着色粒子 3	25°	図5	1%	90%
着色粒子 4	45°	図5	1%	90%
着色粒子 5	55°	図5	1%	90%
着色粒子 6	75°	図5	1%	90%
着色粒子 7	95°	図5	1%	90%
着色粒子 8	15°	図5	5%	90%
着色粒子 9	15°	図5	15%	90%
着色粒子 10	15°	図5	35%	90%
着色粒子 11	15°	図5	1%	65%
着色粒子 12	15°	図5	1%	55%
着色粒子 13	15°	図5	1%	95%
着色粒子 14	15°	図5	1%	105%
着色粒子 15	15°	図6	1%	90%
着色粒子 16	15°	図7	1%	90%
着色粒子 17	15°	図8	1%	90%
着色粒子 18	15°	図9	1%	90%
着色粒子 19	—	図1	1%	90%
着色粒子 20	0°	図13	1%	90%

上下段の間隙、搅拌翼の高さ：静置状態での液面高に対する%

[0110] (Example 2 of a coloring particle manufacturing method) In the example 1 of a coloring particle manufacturing method, 30.0kg (globular-form magnetite: diameter = of number average primary particle 210nm) of magnetic powder was used for the coloring agent instead of carbon black, and also the coloring particle was obtained similarly.

[0111] The coloring particles 21-40 which are carried out and are described in Table 2 were obtained like the above.

[0112]

[Table 2]
(製造法例 2)

着色粒子番号	交差角度 α	搅拌翼構成	上下段の間隙	搅拌翼の高さ
着色粒子 21	5°	図5	1%	90%
着色粒子 22	15°	図5	1%	90%
着色粒子 23	25°	図5	1%	90%
着色粒子 24	45°	図5	1%	90%
着色粒子 25	55°	図5	1%	90%
着色粒子 26	75°	図5	1%	90%
着色粒子 27	95°	図5	1%	90%
着色粒子 28	15°	図5	5%	90%
着色粒子 29	15°	図5	15%	90%
着色粒子 30	15°	図5	35%	90%
着色粒子 31	15°	図5	1%	65%
着色粒子 32	15°	図5	1%	55%
着色粒子 33	15°	図5	1%	95%
着色粒子 34	15°	図5	1%	105%
着色粒子 35	15°	図6	1%	90%
着色粒子 36	15°	図7	1%	90%
着色粒子 37	15°	図8	1%	90%
着色粒子 38	15°	図9	1%	90%
着色粒子 39	—	図1	1%	90%
着色粒子 40	0°	図13	1%	90%

上下段の間隙、搅拌翼の高さ：静置状態での液面高に対する%

[0113] Below, physical properties, such as particle size of the obtained coloring particle, are shown.

[0114]

[Table 3]

着色粒子番号	体積平均粒径	円形度	円形度0.85未満の比率
着色粒子 1	6.3 μm	0.92	0.8個数%
着色粒子 2	6.4 μm	0.89	0.9個数%
着色粒子 3	6.3 μm	0.88	1.2個数%
着色粒子 4	6.3 μm	0.86	1.3個数%
着色粒子 5	6.3 μm	0.86	1.7個数%
着色粒子 6	6.3 μm	0.86	1.8個数%
着色粒子 7	6.3 μm	0.83	4.9個数%
着色粒子 8	6.4 μm	0.86	1.6個数%
着色粒子 9	6.3 μm	0.87	1.1個数%
着色粒子 10	6.3 μm	0.85	1.9個数%
着色粒子 11	6.3 μm	0.88	0.5個数%
着色粒子 12	6.3 μm	0.85	1.9個数%
着色粒子 13	6.3 μm	0.86	0.6個数%
着色粒子 14	6.3 μm	0.85	1.9個数%
着色粒子 15	6.4 μm	0.88	0.9個数%
着色粒子 16	6.5 μm	0.88	0.5個数%
着色粒子 17	6.5 μm	0.87	1.6個数%
着色粒子 18	6.5 μm	0.87	0.5個数%
着色粒子 19	6.5 μm	0.83	4.2個数%
着色粒子 20	6.5 μm	0.83	4.3個数%

[0115]

[Table 4]

着色粒子番号	体積平均粒径	円形度	円形度0.85未満の比率
着色粒子 21	6.4 μm	0.92	0.6個数%
着色粒子 22	6.5 μm	0.89	0.8個数%
着色粒子 23	6.5 μm	0.88	1.1個数%
着色粒子 24	6.5 μm	0.86	1.2個数%
着色粒子 25	6.5 μm	0.86	1.7個数%
着色粒子 26	6.5 μm	0.86	1.9個数%
着色粒子 27	6.6 μm	0.83	4.8個数%
着色粒子 28	6.4 μm	0.86	1.7個数%
着色粒子 29	6.4 μm	0.87	1.0個数%
着色粒子 30	6.4 μm	0.85	1.9個数%
着色粒子 31	6.4 μm	0.88	0.4個数%
着色粒子 32	6.4 μm	0.85	1.9個数%
着色粒子 33	6.4 μm	0.86	0.6個数%
着色粒子 34	6.3 μm	0.85	1.8個数%
着色粒子 35	6.4 μm	0.88	0.8個数%
着色粒子 36	6.5 μm	0.88	0.5個数%
着色粒子 37	6.5 μm	0.87	1.7個数%
着色粒子 38	6.5 μm	0.87	0.5個数%
着色粒子 39	6.6 μm	0.84	4.3個数%
着色粒子 40	6.5 μm	0.83	4.5個数%

[0116] The external additive shown below to the above-mentioned coloring particle was mixed with addition and a Henschel mixer, and the toner was obtained. In addition, an addition shows weight % to a coloring particle.

[0117]

[Table 5]

トナー番号	着色粒子番号	外添剤種及び添加量
トナー 1	着色粒子 1	シリカA=0. 8%/チタニアA=0. 8%
トナー 2	着色粒子 2	シリカA=0. 9%/チタニアB=0. 8%
トナー 3	着色粒子 3	シリカA=1. 2%/チタニアC=0. 8%
トナー 4	着色粒子 4	シリカB=1. 1%
トナー 5	着色粒子 5	シリカC=1. 0%
トナー 6	着色粒子 6	シリカA=0. 8%/チタニアA=0. 8%
トナー 7	着色粒子 7	シリカA=0. 8%/チタニアB=0. 8%
トナー 8	着色粒子 8	シリカA=0. 8%/チタニアC=0. 8%
トナー 9	着色粒子 9	シリカA=0. 8%
トナー 10	着色粒子 10	シリカB=0. 9%
トナー 11	着色粒子 11	シリカB=1. 2%
トナー 12	着色粒子 12	シリカB=1. 1%
トナー 13	着色粒子 13	シリカB=1. 0%
トナー 14	着色粒子 14	シリカA=0. 8%/チタニアA=0. 8%
トナー 15	着色粒子 15	シリカA=0. 8%/チタニアB=0. 8%
トナー 16	着色粒子 16	シリカA=0. 8%/チタニアC=0. 8%
トナー 17	着色粒子 17	シリカA=0. 8%/チタニアA=0. 8%
トナー 18	着色粒子 18	シリカA=0. 9%/チタニアB=0. 8%
トナー 19	着色粒子 19	シリカA=1. 2%/チタニアC=0. 8%
トナー 20	着色粒子 20	シリカB=1. 1%

[0118]

[Table 6]

トナー番号	着色粒子番号	外添剤種及び添加量
トナー 21	着色粒子 21	シリカC=1. 0%
トナー 22	着色粒子 22	シリカA=0. 8%/チタニアA=0. 8%
トナー 23	着色粒子 23	シリカB=0. 8%/チタニアB=0. 8%
トナー 24	着色粒子 24	シリカB=0. 8%/チタニアC=0. 8%
トナー 25	着色粒子 25	シリカB=0. 8%/チタニアA=0. 8%
トナー 26	着色粒子 26	シリカB=0. 9%/チタニアB=0. 8%
トナー 27	着色粒子 27	シリカA=1. 2%/チタニアC=0. 8%
トナー 28	着色粒子 28	シリカB=1. 1%/チタニアA=0. 8%
トナー 29	着色粒子 29	シリカC=1. 0%/チタニアB=0. 8%
トナー 30	着色粒子 30	シリカB=0. 8%/チタニアC=0. 8%
トナー 31	着色粒子 31	シリカB=0. 8%/チタニアA=0. 8%
トナー 32	着色粒子 32	シリカB=0. 8%/チタニアB=0. 8%
トナー 33	着色粒子 33	シリカB=0. 8%/チタニアC=0. 8%
トナー 34	着色粒子 34	シリカA=0. 8%/チタニアC=0. 8%
トナー 35	着色粒子 35	シリカA=0. 8%/チタニアA=0. 8%
トナー 36	着色粒子 36	シリカA=0. 8%/チタニアB=0. 8%
トナー 37	着色粒子 37	シリカA=0. 8%/チタニアC=0. 8%
トナー 38	着色粒子 38	シリカA=0. 8%/チタニアA=0. 8%
トナー 39	着色粒子 39	シリカA=0. 8%/チタニアB=0. 8%
トナー 40	着色粒子 40	シリカA=0. 8%/チタニアC=0. 8%

[0119] * Silica A: 59* titania A diameter of number average primary particle = -- 12nm / hexamethyldisilazane treatment / hydrophobing whenever = -- diameter of 69* silica B: number average primary particle = -- 12nm / dimethyl silicone oil processing / hydrophobing whenever = -- diameter of 68* silica C: number average primary particle = -- 10nm / dichlorodimethylsilane processing / hydrophobing whenever = -- : Diameter = of number average primary particle 25nm / octyl trimethoxysilane processing / degree = of hydrophobing 64* titania B : Diameter = of number average primary particle 35nm / hexyl trimethoxy silanizing / hydrophobing whenever = -- diameter of 68* titania C: number average primary particle = -- whenever [20nm / zinc stearate processing / hydrophobing] -- = 58 evaluation (contact development method: 2 component development)

It mixed with the ferrite carrier with a volume mean particle diameter of 60 micrometers which covered silicone resin to the coloring particle of toners 1-20, and the developer whose toner concentration is 7% was prepared.

[0120] The these-prepared developer was used and on-the-spot photo evaluation was carried out using the digital copier Konica7060 by Konica Corp. Conditions are conditions shown below. The laminating mold organic photo conductor was used as a photo conductor.

[0121] Development condition DC bias : -500VDsd(photo conductor and distance between development sleeves); 600-micrometer developer layer regulation ; Magnetic H-Cut method developer thickness ; The diameter of 700-micrometer development sleeve; the

approach of cleaning with the blade made of polyurethane rubber with a thickness of 3.0mm was used for the non-imprinted toner which remains to a photo conductor 40mm again. The include angle formed between the blade and the photo conductor was made into 45 degrees.

[0122] As an image base material to be used, the ream weight used the regular paper which is 55kg, and formed the image in the longitudinal direction. Moreover, printing evaluation was carried out in the environmental condition of a high-humidity/temperature environment (33 degrees C, 85%RH), using the above-mentioned developer as image formation conditions. Printing used the halftone image which formed the image of 1 dot with 2 dot spaces, printed continuously, and performed printing of 100,000 totals. The existence of an image defect was visually judged about the image of 100,000 sheets after. A criterion is the following.

[0123]

Rank A: As for the number existence image quality evaluation to which black Poti more than the diameter of D:0.5mm of 5-10-piece existence ranks exceeds [black Poti below the diameter of C:0.5mm of less than five piece existence ranks] ten pieces in a solid white image at a solid white image, black Poti below the diameter of B:0.5mm of image-defect-less ranks measured the concentration of an image, and fogging concentration with the solid white image. image concentration — made in Macbeth — RD-918 were used and reflection density compared absolutely. Fogging measured the concentration of paper by the relative reflection density set to "0." The result is shown below.

[0124]

[Table 7]

実施例番号	トナー番号	画像濃度		カブリ濃度		画像欠陥
		初期	10万枚後	初期	10万枚後	
実施例 1	トナー 1	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 2	トナー 2	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 3	トナー 3	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 4	トナー 4	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 5	トナー 5	1.42	1.39	0.001	0.003	A
実施例 6	トナー 6	1.42	1.38	0.001	0.004	B
実施例 7	トナー 8	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 8	トナー 9	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 9	トナー 10	1.42	1.38	0.001	0.003	A
実施例 10	トナー 11	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 11	トナー 12	1.42	1.39	0.001	0.003	A
実施例 12	トナー 13	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 13	トナー 14	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 14	トナー 15	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 15	トナー 16	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 16	トナー 17	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 17	トナー 18	1.42	1.40	0.001	0.003	A
比較例 1	トナー 7	1.42	1.36	0.001	0.015	C
比較例 2	トナー 19	1.42	1.36	0.001	0.015	C
比較例 3	トナー 20	1.42	1.36	0.001	0.019	C

[0125] In addition, in the examples 9, 12, and 14, the foreign matter of the diameter of a large drop presumed to have been formed in the reaction termination phase was intermingled, and toner scattering occurred in the inside of a plane a little. Furthermore, the same problem occurred also in the examples 1, 2, and 3 of a comparison.

[0126] Evaluation (non-contact development method: magnetic 1 component development)

It considered as the 1 component magnetism toner using said coloring particles 21-40, this was used as a developer, the digital copier Konica7050 by Konica Corp. was converted, it changed into the magnetic 1 component development method, and on-the-spot photo evaluation was carried out. Conditions are conditions shown below. The laminating mold organic photo conductor was used as a photo conductor.

[0127] electrification machine; — scorotron band electrical-potential-difference; — photo conductor electrification potential (initial electrification potential) 720V development condition DC bias ; -500VAC bias : Vpp=1800V and frequency =20kHzDsd(photo conductor and distance between development sleeves);600-micrometer developer layer regulation ; Magnetic H-Cut method developer thickness : diameter of 300-micrometer development sleeve; — 40mm (those with phenol resin covering which made the front face distribute conductive carbon black)

Moreover, the approach of cleaning with the blade made of polyurethane rubber with a thickness of 3.0mm was used for the non-imprinted toner which remains to a photo conductor. The include angle formed between the blade and the photo conductor was made into 45 degrees.

[0128] As an image base material to be used, the ream weight used the regular paper which is 55kg, and formed the image in the longitudinal direction. Moreover, printing evaluation was carried out in the environmental condition of a high-humidity/temperature environment (33 degrees C, 85%RH), using the above-mentioned developer as image formation conditions. Printing used the halftone image which formed the image of 1 dot with 2 dot spaces, printed continuously, and performed printing of 100,000 totals. Moreover, the existence of an image defect was visually judged about the image of 100,000 sheets after. A criterion is the following.

[0129]

Rank A: As for the number existence image quality evaluation to which black Poti more than the diameter of D:0.5mm of 5-10-piece

existence ranks exceeds [black Poti below the diameter of C:0.5mm of less than five piece existence ranks] ten pieces in a solid white image at a solid white image, black Poti below the diameter of B:0.5mm of image-defect-less ranks measured the concentration of an image, and fogging concentration with the solid white image. image concentration — made in Macbeth — RD-918 were used and reflection density compared absolutely. Fogging measured the concentration of paper by the relative reflection density set to "0." The result is shown below.

[0130]

[Table 8]

実施例番号	トナー番号	画像濃度		カブリ濃度		画像欠陥
		初期	10万枚後	初期	10万枚後	
実施例 18	トナー 21	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例 19	トナー 22	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例 20	トナー 23	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例 21	トナー 24	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例 22	トナー 25	1.42	1.39	0.001	0.003	A
実施例 23	トナー 26	1.42	1.39	0.001	0.005	B
実施例 24	トナー 28	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例 25	トナー 29	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例 26	トナー 30	1.42	1.38	0.001	0.003	A
実施例 27	トナー 31	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 28	トナー 32	1.42	1.39	0.001	0.002	A
実施例 29	トナー 33	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例 30	トナー 34	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 31	トナー 35	1.42	1.40	0.001	0.002	A
実施例 32	トナー 36	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 33	トナー 37	1.42	1.40	0.001	0.003	A
実施例 34	トナー 38	1.42	1.40	0.001	0.002	A
比較例 4	トナー 27	1.42	1.36	0.001	0.016	C
比較例 5	トナー 39	1.42	1.36	0.001	0.017	C
比較例 6	トナー 40	1.42	1.36	0.001	0.019	C

[0131] In addition, in the examples 23, 28, and 30, the foreign matter of the diameter of a large drop presumed to have been formed in the reaction termination phase was intermingled, toner conveyance from a development sleeve was checked slightly, and the light white stripe was seen henceforth [50,000 sheet]. In addition, although the same phenomenon was seen also in the examples 4, 5, and 6 of a comparison, it generated henceforth [20,000 sheet].

[0132] It turns out that the property in which only the thing in this invention was excellent also in magnetic 1 component development also in 2 component development is shown so that clearly from the result of the above-mentioned tables 7 and 8.

[0133]

[Effect of the Invention] The toner for electrostatic latent-image development which abolishes the trouble when building the toner for electrostatic latent-image development by the so-called polymerization method by this invention, has sharp particle size distribution, and has the very uniform property which does not have the variation in the engine performance between toner particles, and the manufacture approach and the image formation approach using it can be offered. The image which did not produce the Poti failure on an image etc. but was stabilized in high definition also in prolonged use by this is obtained.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

- [Drawing 1] The perspective view of an example of the stirred tank equipped with the conventional stirring aerofoil.
- [Drawing 2] The perspective view of an example of the stirred tank equipped with the stirring aerofoil of this invention.
- [Drawing 3] The top-face sectional view of drawing 2.
- [Drawing 4] The schematic diagram of the configuration of a stirring aerofoil.
- [Drawing 5] The perspective view of an example of the stirred tank equipped with the stirring aerofoil of this invention.
- [Drawing 6] The perspective view of an example of the stirred tank equipped with the stirring aerofoil of this invention.
- [Drawing 7] The perspective view of an example of the stirred tank equipped with the stirring aerofoil of this invention.
- [Drawing 8] The perspective view of an example of the stirred tank equipped with the stirring aerofoil of this invention.
- [Drawing 9] The perspective view of an example of the stirred tank equipped with the stirring aerofoil of this invention.
- [Drawing 10] The schematic diagram showing an example of a non-contact developer.
- [Drawing 11] The schematic diagram showing an example of a non-contact developer.
- [Drawing 12] The schematic diagram showing an example of a non-contact developer.
- [Drawing 13] The perspective view of an example of the stirred tank (for the examples of a comparison) equipped with the stirring aerofoil besides this invention.

[Description of Notations]

- 1 Jacket for Heat Exchange
- 2 Stirred Tank
- 3 Revolving Shaft
- 4 Stirring Aerofoil of Lower Berth
- 5 Stirring Aerofoil of Upper Case
- 6 Inside Pore
- 11 Photo Conductor Drum
- 14 Magnetic Toner
- 15 Magnet
- 19 Power Source
- 20 Elastic Plate
- D Development field

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

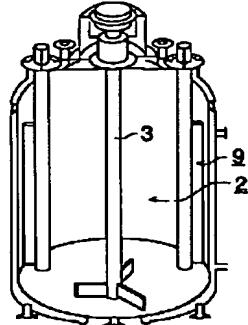
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.**** shows the word which can not be translated.

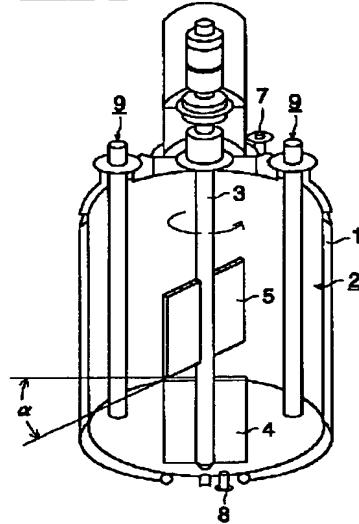
3. In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

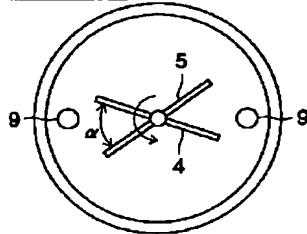
[Drawing 1]



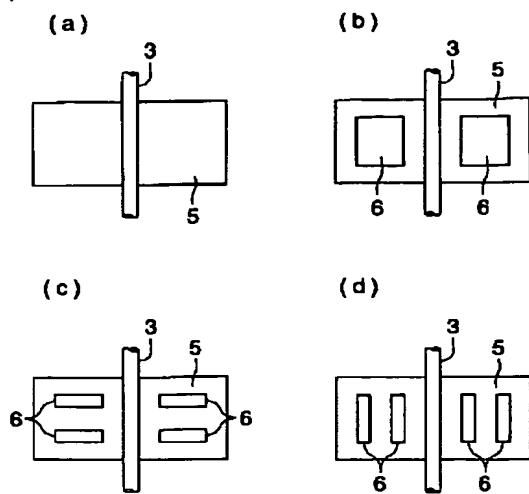
[Drawing 2]



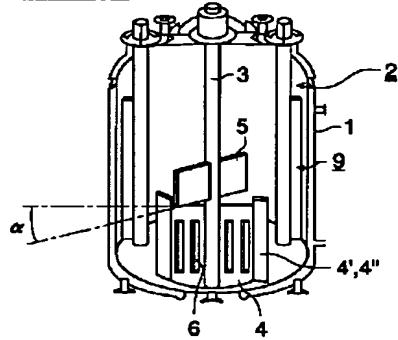
[Drawing 3]



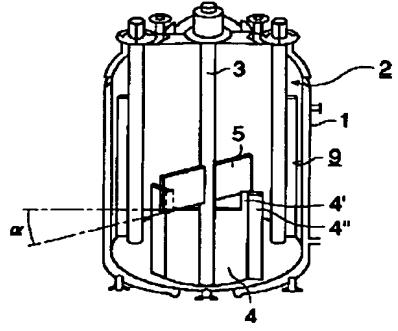
[Drawing 4]



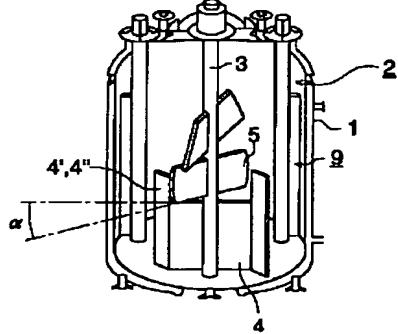
[Drawing 5]



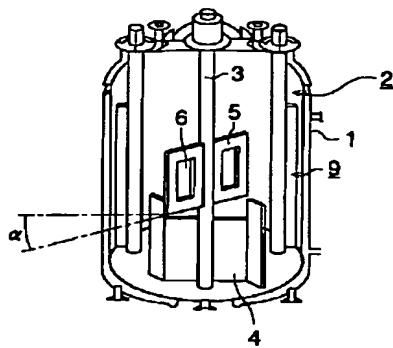
[Drawing 6]



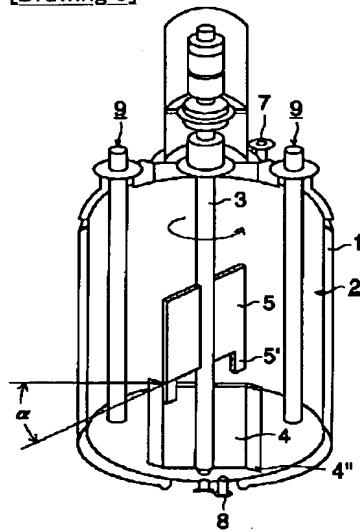
[Drawing 7]



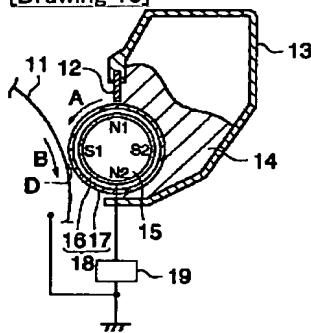
[Drawing 8]



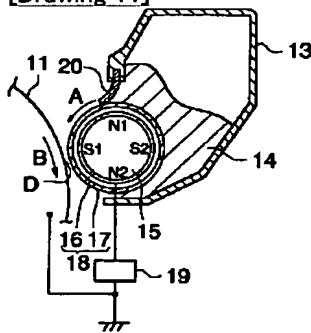
[Drawing 9]



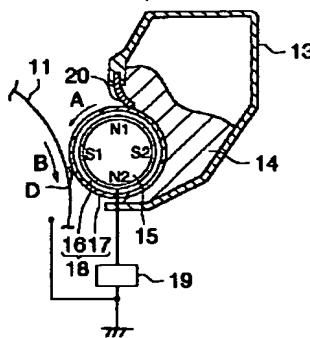
[Drawing 10]



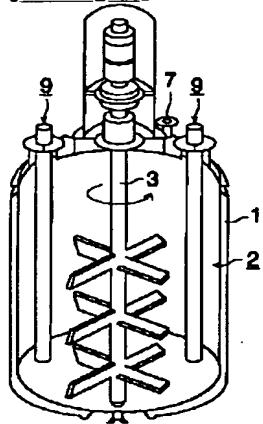
[Drawing 11]



[Drawing 12]



[Drawing 13]



[Translation done.]